



THÈSE

En vue de l'obtention du

DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

Délivré par l'Université Toulouse III - Paul Sabatier

Discipline ou spécialité : Génie Mécanique, Mécanique et Matériaux

Présentée et soutenue par

Alvine NJIONHOU KEPNANG

Le 08 Avril 2011

Titre : CONTRIBUTION A L'ETUDE DES VARIABILITES DES PROPRIETES DES STRATIFIES
FABRIQUES PAR INFUSION DE RESINE LIQUIDE

JURY

M. François TROCHU,	Professeur, Ecole Polytechnique de Montréal,	Président
M. Christophe BINETRUY,	Professeur, Ecole des Mines de Douai,	Rapporteur
M. Alain GASSER,	Professeur, Polytechnique d'Orléans,	Rapporteur
M. Philippe OLIVIER,	Professeur, Institut Clément Ader, Toulouse,	Examineur
M. Bruno CASTANIE,	Professeur, Institut Clément Ader, Toulouse,	Examineur
M. Florentin BERTHET,	Chargé de recherche, Institut Clément Ader, Albi,	Examineur
M. Thierry CUTARD,	Maître Assistant, HDR, Institut Clément Ader, Albi,	Invité

Ecole doctorale :

Mécanique, Energétique, Génie civil & Procédés

Unité de recherche :

Institut Clément Ader (ICA):

Laboratoire Matériaux / Ecole des Mines d'Albi-Carmaux (EMAC)
DMSM / Institut Supérieur de l'Aéronautique et de l'Espace (ISAE)

Directeur(s) de Thèse :

M. Bruno CASTANIE
M. Florentin BERTHET

Co-directeur de thèse :



REMERCIEMENTS

Ce travail de recherche a été fait au sein de l'Institut Clément Ader (ICA) entre deux sites : le laboratoire Matériaux de l'Ecole des Mines d'Albi (EMAC) et le Département Mécanique des Structures et Matériaux (DMSM) de l'Institut Supérieur de l'Aéronautique et de l'Espace (ISAE) de Toulouse.

Je tiens tout d'abord à remercier Monsieur Bruno CASTANIÉ, Professeur des universités à l'INSA de Toulouse et directeur de cette thèse. Il a suivi ce travail de recherche avec beaucoup d'attention et a su lui donner des orientations pertinentes. Sa disponibilité, son investissement, ainsi que ses conseils et sa forte implication dans les moments difficiles ont largement contribué à l'aboutissement de cette thèse.

Je remercie particulièrement Monsieur Florentin BERTHET, chargé de recherche à l'Ecole des Mines d'Albi et co-directeur de ce travail de recherche. Il a su me former dans la fabrication des composites par infusion de résine liquide et m'initier à la méthode d'analyse par les plans d'expériences. La bonne transmission du savoir-faire par son expertise dans ces domaines m'a donné confiance en moi dans la rédaction de cette thèse. Merci Florentin pour ta disponibilité tout au long de ses trois années de travail ensemble et ton esprit critique qui a permis de mener à bien et à terme ce projet.

J'adresse mes sincères remerciements à Monsieur François TROCHU, Professeur des universités à l'Ecole polytechnique de Montréal (Canada) pour m'avoir fait l'honneur de présider le jury de thèse. Ceux-ci vont aussi à l'endroit de Monsieur Christophe BINETRUÿ, Professeur des universités à l'Ecole des Mines de Douai et Monsieur Alain GASSER, Professeur des universités à Polytechnique d'Orléans pour avoir aimablement accepté d'être rapporteurs et ainsi évaluer avec beaucoup d'attention ce mémoire. J'exprime également ma gratitude envers Monsieur Philippe OLIVIER et Monsieur Thierry CUTARD de l'ICA pour leur intérêt clairement manifesté pour ce travail en tant qu'examineur de cette thèse.

Je remercie Monsieur Gérard BERNHART et Monsieur Jacques HÜET pour avoir accepté que je fasse partie du personnel de leurs laboratoires de recherche. Ils ont mis tous les moyens d'essais nécessaires à la bonne réalisation et à l'aboutissement de ces travaux.

Tous mes remerciements s'adressent aussi à l'endroit de Monsieur Marc SARTOR et Monsieur François RONDE-OUSTOU pour leurs soutiens et leurs encouragements durant ces années pour toutes les œuvres que j'ai voulu réaliser.

Remerciements

J'adresse également un grand merci à tous mes collègues de l'Institut Clément Ader qui ont contribué de manière plus ou moins directe à l'avancement et au succès de cette recherche :

Merci Christophe BOUVET pour ton aide précieuse dans le déroulement et les explications relatives aux essais d'impact et de Compression Après Impact.

Merci Samuel RIVALLANT pour ton écoute et ta disponibilité lorsque j'ai eu besoin de ton aide.

Merci Fabrice ROSSI pour ton aide pendant la fabrication des stratifiés infusés et la réalisation des essais de cisaillement interlaminaire.

Merci Pierre ÉRIZÉ pour ta formation à la découpe des éprouvettes de tous les essais de caractérisation et tes anecdotes qui ont permis de surmonter la fatigue du travail.

Merci Guy MIRABEL et Xavier FOULQUIER pour votre apprentissage et votre aide précieuse dans le collage des talons sur les éprouvettes de traction et de compression.

Merci Karim CHOQUET pour ton grand apport dans la réalisation de toutes les campagnes d'essais sur éprouvettes de DMA.

Merci Marc CHEVALLIER et Marc CHARTROU pour votre apprentissage, votre disponibilité et vos conseils pour les essais de traction et de compression.

Merci Daniel BOITEL pour ton aide et tes conseils ainsi que sur l'exécution de toutes les dernières phases des essais de caractérisations morphologiques des stratifiés infusés.

Merci Serge TOVAR pour ton aide, tes conseils et ta formation dans la préparation des échantillons et leurs observations au MEB. Ta bonne humeur et tes blagues constituent une source de plaisir au travail.

Merci Sabine LÉ ROUX et Christine ROLLAND pour votre disponibilité et votre patience pendant les observations au microscope optique et au MEBE.

Merci chaleureux à Esther RAMIREZ, Catherine MAFFRE et Luc PENAZZI pour votre écoute quotidien, vos conseils et vos disponibilités pour toutes les fois que je vous ai sollicité.

Merci aimable à Soraya, Claire, Emeline, Amélie, Souleymane, Ludovic, Pablo, Teddy, Léo et tous les doctorants et permanents pour leur soutien quotidien au cours de ce travail de recherche.

Merci également à Charlotte, Thierry et tous mes amis qui ont cru en moi et m'ont toujours soutenu et encouragé dans toutes mes réalisations et mes vœux.

Pour terminer, j'adresse un merci profond, à mon futur mari, Jean Pulchérie qui a fait preuve de patience et de réconfort jusqu'à la dernière minute, ainsi qu'à ma famille, à mes parents, qui ont toujours été là pour moi et à ma future belle-famille pour son soutien.

TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION GENERALE

I	Contexte aéronautique et enjeux	1
II	Problématiques	3
III	Objectifs et plan de la thèse	5
IV	Références bibliographiques.....	7

CHAPITRE I :

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE..... 9

INTRODUCTION	11
--------------------	----

I.1 PROCESSES DE FABRICATION DE COMPOSITES PAR VOIE LIQUIDE.....13

I.1.1	Introduction	13
I.1.2	Classification des procédés à moule fermé par voie liquide.....	14
I.1.2.1	Injection de résine à moule rigide	14
I.1.2.2	Injection de résine à moule flexible.....	17
I.1.2.3	Injection de résine entre deux moules flexibles	22

I.1.3	Principaux points différentiant et conclusion.....	23
I.2	PROBLEMATIQUES SCIENTIFIQUES RELATIVES AU PROCEDE D'INFUSION DE RESINE LIQUIDE (LRI).....	25
I.2.1	Description du procédé d'infusion de résine liquide.....	25
I.2.2	Identification des paramètres procédés de fabrication	27
I.2.3	Relation entre paramètres procédés et propriétés des structures infusées.....	29
I.2.3.1	Influence sur les propriétés morphologiques	29
I.2.3.2	Influence sur les propriétés mécaniques	37
I.2.4	Synthèse : Paramètres procédés à étudier.....	40
I.3	ETUDE DES RENFORCEMENTS TRANSVERSAUX DE STRATIFIES.....	44
I.3.1	Renforcement par cloutage ou « Z-pinning ».....	44
I.3.2	Renforcement par piquage ou couture	47
I.3.3	Conclusion sur l'étude des renforcements transversaux	50
I.4	METHODE D'ANALYSE STATISTIQUE PAR LES PLANS D'EXPERIENCES.....	52
I.4.1	Classification des plans d'expériences.....	53
I.4.2	Plan d'expériences par la méthode de Taguchi.....	54
I.5.3	Description de la méthode d'analyse statistique des résultats.....	57
I.5	CONCLUSION ET DEMARCHE DE L'ETUDE.....	60
I.6	REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	62

CHAPITRE II :

ANALYSE DES PROPRIETES DES STRATIFIES INFUSES NON

COUSUS..... 67

INTRODUCTION 69

II.1 METHODOLOGIE DE MISE EN ŒUVRE DES STRATIFIES INFUSES NON

COUSUS..... 70

II.1.1 Paramètres procédés et plan d'expériences..... 70

II.1.2 Fabrication des stratifiés infusés non cousus..... 71

II.1.2.1 Introduction 71

II.1.2.2 Outillage et procédure de fabrication 72

II.1.3 Expertise des éprouvettes avant essai..... 77

II.1.4 Bilan 79

II.2 ANALYSES DES RESULTATS DE CARACTERISATION..... 80

II.2.1 Résultats de caractérisation des stratifiés infusés non cousus..... 80

II.2.1.1 Résultats de caractérisations mécaniques..... 80

II.2.1.1 Résultats de caractérisations morphologiques..... 81

II.2.2 Analyse statistique d'essais de caractérisation..... 83

II.2.2.1 Influence de la nature de la préforme..... 84

II.2.2.2 Influence de la configuration du procédé..... 86

II.2.2.3 Influence des températures du procédé..... 91

II.2.2.4 Synthèse de l'analyse statistique 93

II.2.3 Analyse microscopique des stratifiés infusés non cousus 95

II.2.4 Effet de la santé matière sur les propriétés mécaniques 101

II.3	CONCLUSIONS GENERALE SUR LES STRATIFIES INFUSES NON COUSUS	105
------	--	-----

CHAPITRE III : ANALYSE DES PROPRIETES DES STRATIFIES

<i>INFUSES COUSUS</i>	<i>107</i>
------------------------------------	-------------------

INTRODUCTION	109
--------------------	-----

III.1 METHODOLOGIE D'INFUSION ET DE CARACTERISATION DES STRATIFIES

INFUSES COUSUS.	110
----------------------	-----

III.1.1 Paramètres procédés et plan d'expériences.....	110
--	-----

III.1.2 Principe de fabrication des stratifiés infusés cousus.....	111
--	-----

III.1.2.1 Couture sur préformes	111
---------------------------------------	-----

III.1.2.2 Procédure de fabrication	112
--	-----

III.1.2.3 Expertise des éprouvettes avant essai	113
---	-----

III.1.3 Bilan.....	113
--------------------	-----

III.2 RESULTATS D'ESSAIS DE CARACTERISATION DU PLAN D'EXPERIENCES

III.2.1 Résultats d'essais de caractérisation mécaniques	114
--	-----

III.2.2 Résultats d'essais de caractérisation morphologiques des stratifiés infusés cousus.....	115
---	-----

III.3 ANALYSE STATISTIQUE DES RESULTATS DE CARACTERISATION DES

STRATIFIES INFUSES COUSUS	118
---------------------------------	-----

III.3.1 Influence de la nature de la préforme.....	119
--	-----

III.3.2 Influence de la configuration du procédé.....	121
---	-----

III.3.3 Influence des températures du procédé.....	123
--	-----

III.3.4 Synthèse de l'analyse statistique.....	124
--	-----

III.4 ANALYSE MICROSCOPIQUE DES STRATIFIES INFUSES COUSUS	127
III.4.1 Analyse de la santé matière d'un stratifié infusé cousu.....	127
III.4.2 Effets de la santé matière sur les propriétés des stratifiés cousus	129
 III.6 COMPARAISON ENTRE LES STRATIFIES INFUSES COUSUS ET NON	
COUSUS.....	132
 III.7 CONCLUSION GENERALE SUR LES STRATIFIES INFUSES COUSUS ET NON	
COUSUS	135

CHAPITRE IV :

<i>ETUDE DU COMPORTEMENT A L'IMPACT ET EN COMPRESSION</i>	
<i>APRES IMPACT (CAI) DES STRATIFIES INFUSES COUSUS ET NON</i>	
<i>COUSUS.....</i>	<i>137</i>

INTRODUCTION.....	139
--------------------------	------------

IV.1 METHODE D'INFUSION ET DE CARACTERISATIONS DES PLAQUES POUR	
IMPACT ET CAI.....	141

IV.1.1 Identification des paramètres procédés et de fabrication pour cette étude	141
--	-----

IV.1.2 Choix des paramètres d'essai d'impact pour cette étude	142
---	-----

IV.1.3 Plan d'expériences pour l'impact et la CAI.....	142
--	-----

IV.1.4 Fabrication des plaques à impacter	143
---	-----

IV.1.4.1 Couture sur préformes des pièces à impacter	143
--	-----

IV.1.4.2 Procédure de fabrication des plaques à impacter	144
--	-----

Table des Matières

IV.1.5 Expertise sur les éprouvettes	145
IV.1.6 Bilan	147
IV.2 RESULTATS D'ESSAIS DE CARACTERISATION DES PLAQUES COUSUS ET NON COUSUS.....	148
IV.2.1 Résultats d'essais d'impact	148
IV.2.2 Résultats d'essais de compression après impact.....	151
IV.3 ANALYSE STATISTIQUE DES RESULTATS D'IMPACT ET DE CAI.....	152
IV.3.1 Influence du nombre de tissu drainant	153
IV.3.2 Influence du côté de la plaque	154
IV.3.3 Influence de la température de cuisson	155
IV.3.4 Influence de la couture	156
IV.4 ANALYSE MICROSCOPIQUE DES PLAQUES IMPACTEES.....	158
IV.4.1 Observations par des ultrasons C-scan	158
IV.4.2 Observations des champs par microscope binoculaire	160
IV.5 CONCLUSION DE L'ETUDE SUR L'IMPACT ET LA CAI DES STRATIFIES INFUSES	164
 CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES.....	 167
 ANNEXES.....	 173

NOTE.....	175
A.1 MATERIAUX ET CONSTITUANTS.....	176
A.1.1 Renfort.....	176
A.1.2 Résine	177
A.2 CARACTERISATIONS MECANQUES.....	178
A.2.1 Essai de traction.....	178
A.2.2 Essai de compression	180
A.2.3 Essai de cisaillement inter laminaire.....	181
A.2.4 Essai d'impact	182
A.2.5 Essai de compression après impact	188
A.3 CARACTERISATIONS MORPHOLOGIQUES.....	191
A.3.1 Essais d'analyse mécanique dynamique	191
A.3.2 Détermination du taux volumique de fibres.....	192
A.3.3 Détermination du taux volumique de porosités.....	194
A.4 METHODES ET MOYENS DE CONTROLE.....	195
A.4.1 Métrologie dimensionnelle.....	195
A.4.2 Méthode et moyens de contrôle non destructifs.....	195
A.4.2.1 Moyens de contrôle par microscopie.....	196
A.4.2.2 Moyens de contrôle par ultrasons : C-Scan	197
A.5 REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES POUR LES ANNEXES.....	198

INTRODUCTION GENERALE

I CONTEXTE AERONAUTIQUE ET ENJEUX

L'introduction dans le secteur de l'aéronautique des pièces structurales en matériaux composites connaît depuis une quarantaine d'années une croissance considérable. Le remplacement des matériaux structuraux plus classiques comme l'acier, l'aluminium ou le titane a été la première cause de leur utilisation, ceci dans le but de favoriser principalement le gain en poids des structures. Les matériaux composites dans ce secteur sont utilisés principalement sous forme de stratifiés à base de fibres longues en carbone, verre ou kevlar avec une matrice organique type époxy. Leur haute performance mécanique et leurs nombreux avantages fonctionnels en termes de légèreté, de liberté et de complexité de formes leur procurent des atouts importants par rapport aux matériaux traditionnels. Toutefois, la maîtrise de leur conception et leur fabrication en termes de compréhension et de développement devient de plus en plus importante et pertinente à cause du challenge performance — qualité — prix.

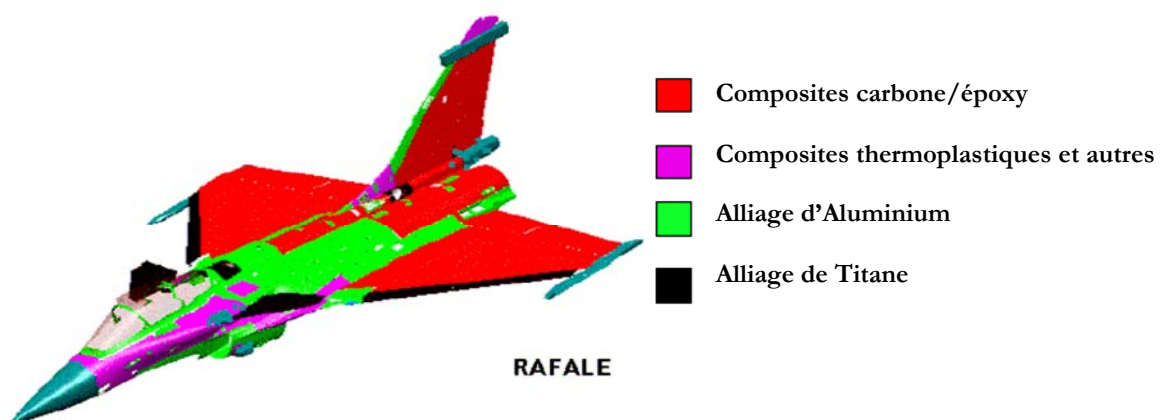


Figure 1 : Matériaux de structures utilisés sur un avion militaire [Robert, 2007]

La substitution des matériaux métalliques par des composites dans le domaine de l'aéronautique s'est faite progressivement, en commençant par les structures secondaires (ailerons et trappes de train d'atterrissage puis la dérive ou le stabilisateur horizontal). Durant ces dernières années, les pièces de structures primaires comme par exemple le caisson central de voilure de l'Airbus A380 ou le fuselage du Boeing B787 ont été fabriquées en stratifiés de carbone/époxy. La conception et la fabrication de ces structures ont permis une réduction de masse pouvant atteindre 30%. Néanmoins, le souci accru de maîtrise des coûts est un moteur puissant d'innovation dans le domaine de l'industrialisation des composites.

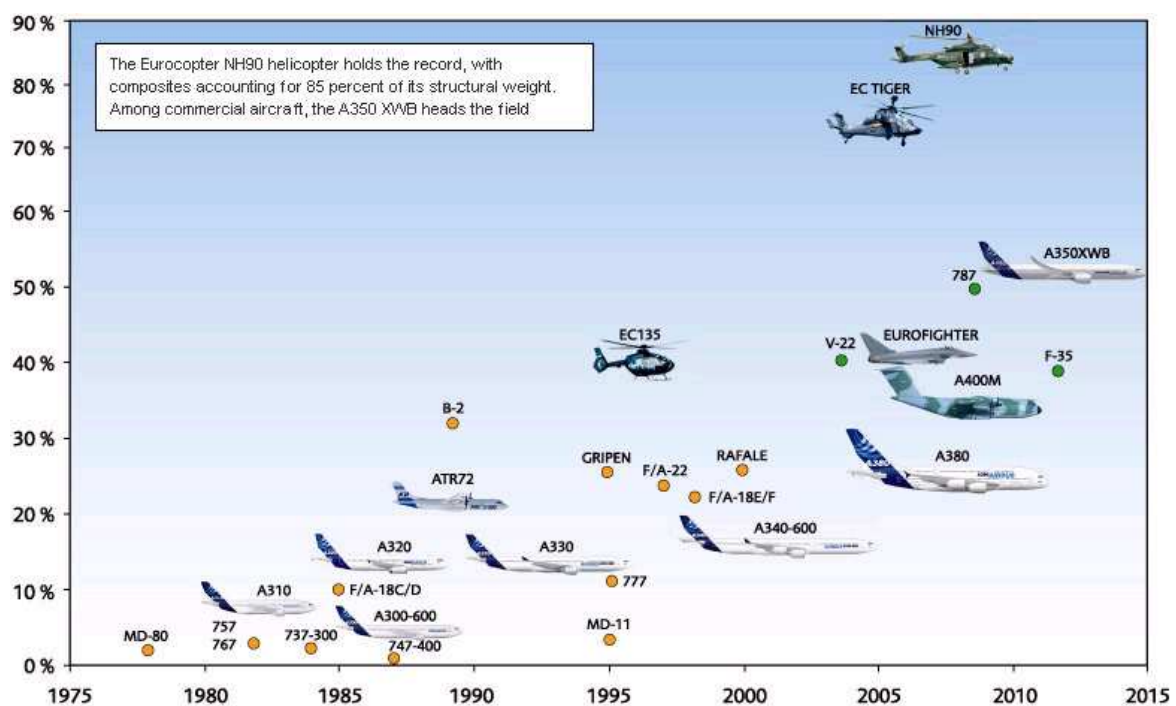


Figure 2 : Evolution de l'utilisation de composite (en masse) dans l'aviation civile [Castanié, 2010]

II PROBLÉMATIQUES

Deux axes de développement émergent actuellement au niveau de l'industrialisation des structures composites :

- ✓ Le développement d'outils logiciels de conception et de simulation. Il s'agit ici de la recherche sur la modélisation numérique du comportement des composites et des procédés de mise en œuvre. Dans l'aéronautique par exemple, les logiciels de conception, de simulation et de dimensionnement des pièces en composites sont développés pour des besoins spécifiques et ponctuels comme le calcul des détails structuraux.
- ✓ La fabrication des produits avec une totale prédictibilité est la seconde problématique. Il est question d'intégrer, dès le stade de la conception, la spécificité du composite par une approche fonctionnelle permettant de mieux identifier les caractéristiques attendues et demandées après sa fabrication. Cette approche permettrait à terme d'obtenir des gains dans la phase de mise au point du procédé et surtout lors de la phase critique de montée en cadence.

L'approche conceptuelle est en grande partie liée au procédé de fabrication de structures composites pris en compte. Dans le cadre de cette étude, nous nous intéressons aux techniques d'injection par voie liquide à moule fermé. Celles-ci ont pris leur essor depuis quelques années car elles apportent un certain nombre d'avantages. Par exemple, elles autorisent la réduction de l'émission des composés organiques volatils. Elles permettent d'obtenir des pièces à faible coût (par rapport aux procédés autoclaves) et favorisent la reproductibilité de production. Des fractions volumiques en renforts élevées (supérieures à 50%) peuvent être obtenues dans le composite final. Les procédés d'infusion de résine sous moule flexible permettent une flexibilité du processus à travers la possibilité de fabriquer des pièces à renforcements structuraux complexes et de grandes dimensions. L'une des variantes de ces procédés communément appelés « *VIP : Vacuum Infusion Process* » est l'infusion de résine liquide ou « *LRI : Liquid Resin Infusion* ». Les composites fabriqués par LRI s'appliquent déjà largement dans le secteur de la construction navale mais très ponctuellement dans celui de l'aéronautique (comme l'exemple de la dérive de la structure d'empannage du MJ de la figure 3).

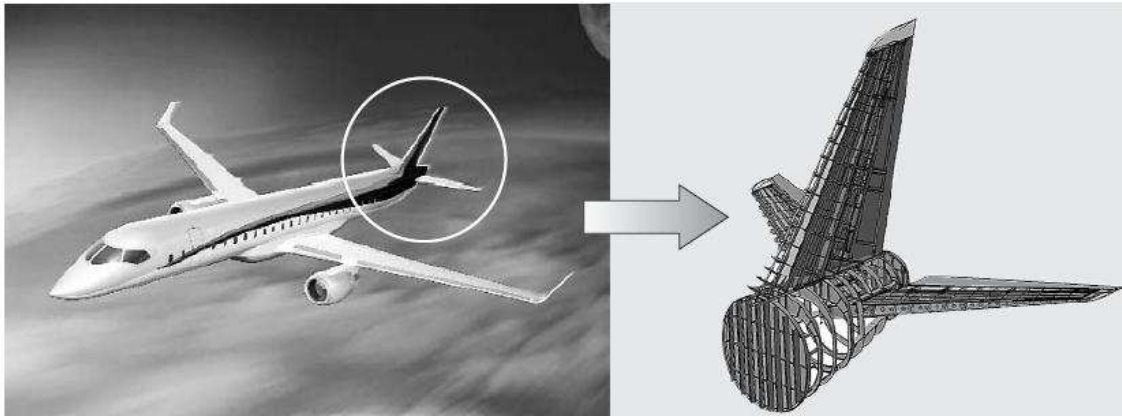


Figure 3 : Structure d'empennage du Mitsubishi Jet [Takeda et al., 2005]

Par contre, l'ensemble de ces procédés dit « hors autoclave » suscite un intérêt croissant de la part des industriels de l'aéronautique et ont fait l'objet de démonstrateurs dans le cadre du programme européen ALCAS (Advanced Low-Cost Aircraft Structure).

Le principe de l'infusion de résine liquide (LRI) est déjà bien identifié par ces acteurs a déjà fait l'objet de plusieurs développements (*VARTM*, *SCRIMP*, *CAPRI*, *VAP*, etc...), dépendant des variantes développées par les différents industriels pour ses besoins spécifiques. Les études actuelles portent sur les comportements structuraux des pièces infusés, l'amélioration de la résistance spécifique et de la qualité des stratifiés infusés, le contrôle et la reproductibilité des pièces structurelles pour leur industrialisation.

L'intérêt croissant pour cette méthode manifesté par les industriels de l'aéronautique est à l'origine du choix de ce procédé pour cette recherche.

III OBJECTIFS ET PLAN DE LA THESE

La recherche des interactions entre paramètres procédés et les propriétés mécaniques et morphologiques des stratifiés infusés pour des besoins de hautes performances destinées au secteur de l'aéronautique est le cœur de cette recherche. Le choix de la méthode de fabrication LRI étant justifié par l'intérêt croissant qui lui est porté, le type de stratifié choisi s'est lui aussi voulu d'avant-garde et des tissus de NCF quadriaxiaux ont été retenus car ils permettent des gains significatifs en termes de productivité. Enfin nous nous intéresserons aussi à une technique de renfort hors-plan susceptible d'apporter des gains en tenue mécanique significatifs à savoir la couture.

Il sera donc question d'identifier au préalable les paramètres procédés liés à l'infusion de résine liquide. Ensuite, les stratifiés infusés seront fabriqués en suivant un plan d'expériences. L'influence des paramètres procédés sur leurs propriétés morphologiques telles que l'épaisseur, la fraction volumique en fibres et en porosités, ainsi que leur température de transition vitreuse et leurs caractéristiques mécaniques dans le plan sera déterminée par une analyse statistique des résultats de caractérisation. Les effets des paramètres procédés sur la tenue à l'impact et après impact des structures infusées seront aussi recherchés.

Cette investigation sera approfondie par l'étude des incidences des paramètres procédés sur les stratifiés infusés à préformes renforcées ou non dans leur épaisseur par couture, en vue de comparer leurs propriétés à rupture standard à savoir la résistance en traction, en compression et au cisaillement interlaminaire. Le contexte aéronautique nous poussera aussi à nous intéresser aux liens susceptibles d'exister entre les paramètres procédés et le comportement mécanique aux impacts.

Au vu des objectifs précédents, ce travail sera divisé en quatre parties suivies d'une conclusion générale.

- ✓ La première partie est une étude bibliographique. Les différents procédés de fabrication de composites par voie liquide seront recensés afin de mettre en lumière leurs principaux

points différentiant. Une étude plus poussée sur les phénomènes se produisant au cours du procédé d'infusion de résine liquide (LRI) sera faite. Elle permettra d'avoir une vue globale sur les paramètres procédés en terme d'influence sur les propriétés des composites et de recenser ceux déjà identifiés. Cette analyse permettra de classer les paramètres jugés potentiellement influents sur les propriétés pour cette étude. Une partie de cette revue bibliographique sera consacrée à l'étude des renforcements transversaux des stratifiés. Dans cette partie, les différents modes de renforcements transversaux existants seront présentés et une attention particulière sera portée sur la couture. Les effets potentiels de cette dernière sur le comportement des stratifiés seront répertoriés. L'analyse statistique des résultats par la méthode des plans d'expériences est décrite et le choix de la méthode employée est expliqué. La conclusion de ce chapitre donne la démarche et les principales orientations du travail de thèse.

✓ Au deuxième chapitre, il s'agit d'analyser les propriétés mécaniques des stratifiés infusés non cousus en fonction de leurs paramètres procédés. L'étude porte tout d'abord sur la méthodologie et les moyens de fabrication des stratifiés infusés non cousus. Les matériaux utilisés, les paramètres procédés pris en compte ainsi que la procédure de fabrication par infusion de résine seront décrits. Les résultats d'essais de caractérisation sont présentés et ceux de l'analyse statistique sont discutés. Une analyse microscopique des stratifiés infusés non cousus permet d'explorer leur santé matière et de voir l'incidence des défauts sur les propriétés en traction et en compression. Ces deux analyses permettront de donner des conseils de choix des paramètres procédés de fabrication qui maximisent les propriétés des stratifiés infusés non cousus.

✓ Le chapitre III se focalise sur l'analyse des propriétés des stratifiés infusés cousus. Après une description brève de la méthodologie et des particularités de la procédure de fabrication des stratifiés cousus dans leur épaisseur, les résultats des essais et des analyses seront présentés et discutés. Les influences des paramètres procédés seront répertoriées. Une analyse microscopique est faite par des observations de la microstructure des stratifiés cousus et permet de mettre en évidence les effets de leur santé matière sur leurs propriétés mécaniques. Une comparaison des stratifiés infusés cousus et non cousus sera faite pour déceler l'influence générale du renforcement par couture sur un stratifié infusé.

✓ Le chapitre IV décrit l'étude du comportement à l'impact et en compression après impact des stratifiés infusés renforcés transversalement ou non par couture. La méthodologie utilisée pour leur fabrication par l'identification des paramètres procédés et

l'expertise des éprouvettes avant essai sera au préalable détaillée. Les propriétés à l'impact et en compression après impact seront aussi analysées par la méthode des plans d'expériences. Les dommages créés par l'impact dans les stratifiés infusés seront analysés de manière comparative entre les différentes conditions de fabrication par des contrôles ultrasonores ainsi que des observations micrographiques. Enfin, l'influence de la santé matière sur ces comportements sera aussi investiguée.

✓ La dernière partie consacrée aux conclusions et un bilan des apports et originalités de ce travail sera effectuée. Des perspectives y seront données.

IV REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Castanié, (2010). "*Technologies Des Structures Composites.*" Cours de structures composites, INSA Toulouse, Octobre 2010.

Robert, Les Composites Aéronautiques. Colloque Composite, 2007, Toulouse.

Takeda, Nishiyama, Hayashi et al., "*Research in the Application of the Vartm Technique to the Fabrication of Primary Aircraft Composite Structures.*" Mitsubishi Heavy Industries, Ltd. Technical Review Vol. 42 (No. 5), 2005.

CHAPITRE I

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Introduction.....	11
I.1 Procédés de mise en œuvre des CMO à moule fermé par voie liquide.....	13
I.2 Problématiques scientifiques relatives au procédé d'infusion de résine liquide (LRI)	25
I.3 Etude des renforcements transversaux des stratifiés	44
I.4 Méthode d'analyse statistique par les plans d'expériences	52
I.5 Conclusion et démarche de l'étude	60
I.6 Références bibliographiques	62



INTRODUCTION

Un matériau est dit « composite » lorsqu'il est formé d'un assemblage d'au moins deux constituants non miscibles ayant une forte capacité d'adhésion. Cette dernière dépend de la liaison entre les fibres et la matrice (ou résine) pour un composite à matrice organique. Les caractéristiques associées de ces constituants se complètent pour former un matériau aux performances mécaniques, thermiques, électriques et/ou physico-chimiques améliorées. Lorsque le composite est formé d'une préforme résultant de la superposition de plusieurs couches ou plis de nappes unidirectionnelles, de tissus ou de mats, avec des orientations propres à chaque pli, on parle de stratifié.

Le développement d'un matériau composite répond généralement à un besoin spécifique. C'est pour cette raison qu'il peut être classé selon la nature du renfort ou de la matrice. Cette classification est aussi et surtout fonction de l'objectif recherché par son utilisation. On peut citer par exemple les matériaux composites à matrices organiques (CMO) thermodurcissables à fibres longues. Parmi ceux-ci, on parle de composites de grande diffusion (GD) quand le critère principal est l'optimisation des coûts de fabrication de la pièce finale. En revanche, ils sont de hautes performances (HP) quand leur application nécessite l'optimisation des performances mécaniques ou thermiques, tout en permettant la réduction de la masse structurale. Le secteur de l'aéronautique utilise principalement les composites à hautes performances pour la fabrication des pièces de structure primaire des appareils. Les composites pour cette application sont pour la plus part fabriqués avec une matrice époxy associée à un taux élevé de renforts en fibres de carbone.

De nombreuses techniques de mise en œuvre de ces pièces structurales existent. Dans ce chapitre, il est proposé une synthèse des technologies et problématiques des procédés de fabrication des CMO thermodurcissables à moule fermé par voie liquide. Les principes généraux des procédés de fabrication LCM (Liquid Composite Moulding) semi-automatisés et les différences éventuelles qui existent entre eux sont recensés dans une première partie. Les avantages, les inconvénients et les principes physiques mis en jeu sont détaillés. Dans une deuxième partie, les problématiques scientifiques liées à la fabrication des stratifiés par le procédé d'infusion de résine liquide (LRI : Liquid Resin Infusion) sont analysées. Les paramètres procédés ayant une influence sur les propriétés morphologiques et mécaniques sont identifiés. Les liens **probables** entre ces propriétés

sont aussi étudiés. Cette analyse permettra de déterminer les paramètres pertinents pour la fabrication des stratifiés de cette étude.

Les technologies de renforcements transversaux des pièces composites sont présentées dans la troisième partie. Celle-ci s'intéresse principalement à la tenue des stratifiés renforcés dans l'épaisseur par couture. Les différents types de couture, celui choisi pour cette recherche ainsi que ses avantages sont présentés. Puis, dans une quatrième partie, les différentes méthodes des plans d'expériences susceptibles d'être utilisées pour analyser statistiquement les résultats de caractérisation des stratifiés sont listées et expliquées. La technique d'analyse par la méthode de Taguchi étant celle qui a été choisie, elle est décrite. Enfin, ce chapitre se conclut par une présentation de la démarche générale de cette recherche.

I.1 PROCÉDES DE MISE EN ŒUVRE DES CMO A

MOULE FERME PAR VOIE LIQUIDE

I.1.1 Introduction

Pour l'ensemble des procédés d'obtention des matériaux composites à matrice thermodurcissable par voie liquide, il est nécessaire de passer par plusieurs étapes :

- ✓ *La mise en forme de la préforme structurelle à la géométrie de la pièce,*
- ✓ *L'imprégnation du renfort par de la résine,*
- ✓ *Le durcissement de l'ensemble (renfort + résine) par réticulation du polymère thermodurcissable*
- ✓ *Le démoulage*

La découpe et le drapage du renfort pour former la préforme se font généralement sous atmosphère et température ambiante (autour de 20°C). Par contre, l'infiltration de la résine pour imprégner le renfort et sa polymérisation nécessitent en général une mise en température, une pression extérieure et/ou de tirer le vide. Une fois la structure composite rigide, elle est démoulée. La pièce obtenue a ainsi des propriétés spécifiques qui doivent répondre à un cahier des charges prédéfini.

Les procédés de mise en œuvre à moule fermé par voie liquide décrits dans la suite sont ceux au cours desquels la phase d'imprégnation du renfort par la matrice se fait par le passage de la résine à une pression donnée, à travers une préforme structurelle (tissus, mats, fibres...) initialement sèche. La préforme est placée dans la cavité d'un moule qui demeure fermé jusqu'à l'obtention du composite rigidifié à l'aide ou non d'une étuve ou d'un autoclave. Ces procédés peuvent être semi automatisés. Leur choix dépend à la fois de la forme, des dimensions, et des caractéristiques mécaniques désirées pour la pièce, mais aussi de la cadence de production souhaitée. Ces techniques ont plusieurs variantes. Elles sont classées en fonction de la forme de la résine utilisée, de la pression d'injection, de la direction d'infiltration dans le renfort, et aussi selon le type de moule utilisé. La résine peut être sous forme solide ou liquide, la pression haute ou basse par rapport à la pression

atmosphérique, ou avec l'assistance éventuelle du vide. Dans ces procédés par voie liquide, le moule utilisé est rigide ou souple et l'injection se fait à travers l'épaisseur ou dans le plan de la préforme. Malgré le nombre et la diversité de ces technologies, les principes de celles les plus couramment utilisées seront explicités. Leurs avantages, limites et grands secteurs d'applications seront identifiés.

I.1.2 Classification des procédés à moule fermé par voie liquide

Le procédé de fabrication des matériaux composites à moule fermé a été introduit autour de 1940, développé entre 1960 et 1970 et amélioré après 1990 [Berreur *et al.*, 2002]. Les innovations successives ont permis de diminuer le coût de production en jouant sur l'outillage, d'accroître les propriétés des pièces et d'augmenter leur reproductibilité en limitant la variabilité des paramètres de fabrication. Ainsi, on peut distinguer à ce jour trois grandes classes de procédés à moule fermé par voie liquide :

- ✓ *L'injection de résine à moule rigide*
- ✓ *L'infusion de résine sous moule flexible*
- ✓ *L'infusion de résine entre deux moules flexibles*

Les paragraphes qui suivent présentent les principes généraux, les avantages et les limites de chacune de ces classes.

I.1.2.1 Injection de résine à moule rigide

L'injection de la résine se fait sous pression au travers de la préforme installée entre le moule et le contre-moule rigide. Cette pression d'injection est supérieure à la pression atmosphérique.

Le moulage par injection de résine sur renfort communément appelé RTM (Resin Transfer Molding) nécessite un préformage suivi d'une injection et d'une réticulation. La préforme est disposée dans l'empreinte du moule (figure 1.1). Puis, le moule est solidement fermé. La résine est ensuite accélérée et catalysée, puis injectée sous pression (de 1.5 à 10 bars) jusqu'au remplissage complet de l'empreinte. Après durcissement de l'ensemble par réticulation de la résine, le moule est ouvert et la pièce structurelle démoulée.

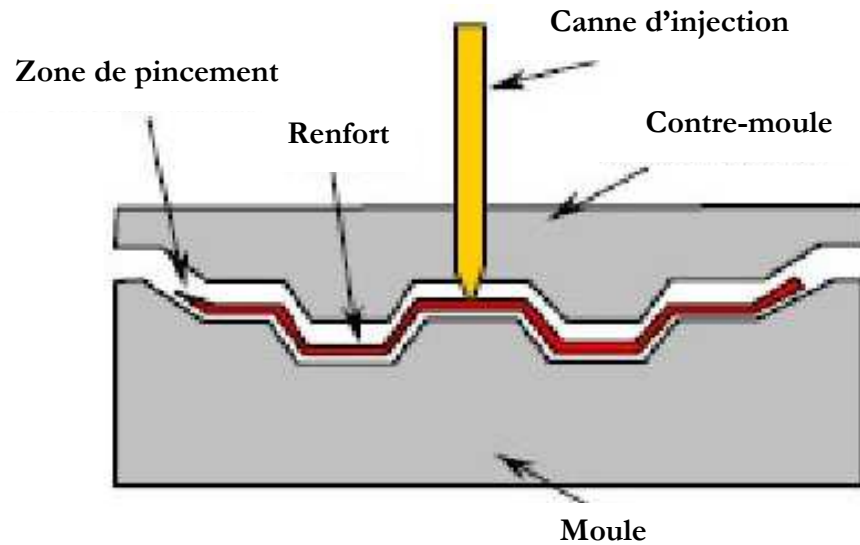


Figure 1.1 : Procédé d'injection de résine sur renfort (RTM) [CARMA, 2006]

La préforme peut être constituée d'un renfort de fibres sous forme de tissus de verre, carbone ou aramide, de mats de fils coupés ou continus. La pression de fermeture du moule permet d'éliminer l'air de la préforme. La résine et le moule entier (moule et contre-moule) peuvent être chauffés pour réduire la viscosité de la résine et ainsi parvenir à un meilleur écoulement et un meilleur mouillage des fibres. Le RTM a l'avantage d'être adapté à des fabrications de moyennes séries (1000 - 10000 pièces/an) pour une bonne reproductibilité d'épaisseur. Il fournit un bon état de surface à la pièce (les deux faces lisses). Ce procédé est limité aux formes peu complexes et aux taux de renfort moyens (de 20 à 60%). La viscosité de la résine doit être assez faible ($\approx 0,1$ Pa.s) pour pouvoir entièrement infiltrer la préforme. La pression (1 à 10 bars) dans le moule n'est pas homogène au cours de l'injection et de l'imprégnation des renforts dans toute la pièce. Le contrôle de cette pression pendant tout le processus de fabrication est difficile. Le processus se fait à pression imposée ou à débit imposé.

Les composites fabriqués par RTM sont utilisés en grande partie dans les secteurs ferroviaire, du sport et des loisirs, de l'automobile et de la construction nautique. Dans l'aéronautique, le RTM est utilisé pour la réalisation de composites HP de valeur élevée et des pièces de grande taille [Berreur *et al.*, 2002; CARMA, 2006; Clédât, 2006].

Afin de palier aux inconvénients du RTM, quelques innovations telles que le **TERTM** (Thermal Expansion RTM) et le **RARTM** (Rubber-Assisted RTM) ont permis de créer une reprise de pression interne au cœur de la structure. Un matériau est inséré dans le moule et comprime la préforme sous l'effet de la dilatation thermique provoquée par la température de cuisson [Beckwith, 2006]. Ces techniques permettent d'augmenter les proportions en volume de fibres en comprimant la préforme au-delà des niveaux autorisant son imprégnation. Ce procédé peut se rapprocher de l'injection - compression.

D'autres techniques d'injection de résine sur renfort telles que le RTM Eco (Eco Resin Transfert Molding) ou RTM Light (Light Resin Transfert Molding ou LRTM) ont été développées. Le principe de fabrication est le même que celui du RTM traditionnel, mais, il y a en plus l'utilisation du vide au cours du processus (figure 1.2). Ce vide permet de diminuer la pression de fermeture du moule et d'injection de résine (inférieur à 5 bars). En effet, le vide est fait dans la cavité du moule avant l'injection de la résine, par conséquent dans la préforme aussi. Le gradient de pression interne est donc minimal dans la cavité. L'écoulement de la résine dans toute l'épaisseur de la pièce est mieux contrôlé par ce procédé.

Le RTM Eco a des avantages par rapport au RTM du point de vue réduction de coût, temps de fabrication et poids de structure. Contrairement au RTM, le RTM Eco favorise l'uniformité de la densité du matériau, ce qui est un facteur de qualité du composite. Ce procédé a été développé en particulier pour les industries nautiques.

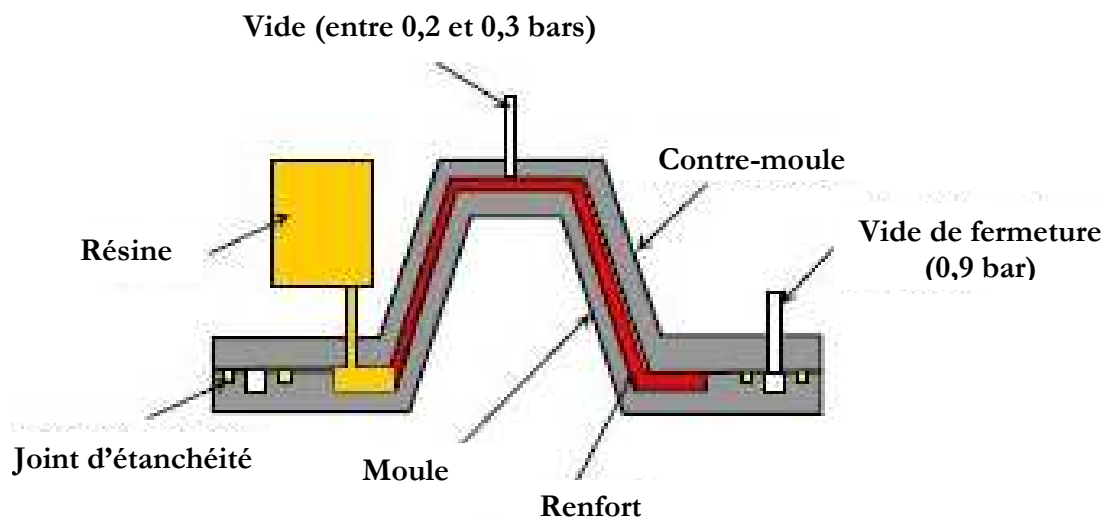


Figure 1.2 : Procédé d'injection de résine sur renfort avec apport de vide (RTM Eco) [CARMA, 2006]

Les objectifs principaux des recherches sur les procédés de mise en œuvre par voie liquide à moule fermé restent l'optimisation du coût, des performances et de la qualité. L'injection de résine à moule rigide, malgré ses avantages cités, présente des inconvénients majeurs. Le coût de l'outillage est élevé pour des grandes structures. Les limites de ce type de procédé ont conduit au développement des technologies incluant des parties souples.

I.1.2.2 Infusion de résine sous moule flexible

L'infusion de résine est l'imprégnation du renfort par le passage de la résine à travers l'épaisseur contrairement à l'injection sur renfort qui se fait dans le plan de la pièce. L'infusion de résine sous moule flexible est aussi appelée RIFT pour « Resin Infusion Under Flexible Tooling ». Cette technique a été conçue dans le but de réduire le coût de l'outillage et d'accroître les performances des CMO. C'est une forme d'amélioration du procédé RTM. Le souci actuel pour les fabrications par infusion est focalisé sur la nécessité d'avoir de grandes fractions volumiques de fibres pour les renforcements structuraux larges et complexes. Le RIFT est aussi connu sous le terme VIP (Vacuum Infusion Process) car c'est un procédé de fabrication de composites par infusion de résine grâce au vide. Il ne fait pas intervenir une pression supplémentaire d'injection de résine comme dans le RTM. La partie supérieure du moule est remplacée par une membrane souple ou bâche à vide. La pression de fermeture du moule du RTM n'existe donc pas pour ce procédé. Il y a uniquement l'utilisation du vide pour le compactage de la préforme et l'infusion de la résine. Le développement du RIFT durant ces deux dernières décennies a fait l'objet de plusieurs variantes telles que le RFI (Resin Film Infusion), le LRI (Liquid Resin Infusion), le SCRIMP (Seemann's Composites Resin Infusion Molding Process), etc....[Beckwith, 2006; Cripps, 2008; Williams *et al.*, 1996].

L'infusion de film de résine (RFI : Resin Film Infusion) consiste à placer en les superposant un renfort sec (tissus ou pré-imprégnés, ...) et un film de résine entre un moule et une bâche à vide (figure 1.3). L'ensemble est mis sous vide puis chauffé. Le film de résine se ramollit progressivement et s'infuse à travers les cavités libres du renfort. Puis, il y a une phase de cuisson suivie d'un refroidissement.

Le RFI permet le déroulement simultané de l'infiltration, de la consolidation et de la cuisson. Le phénomène physique mis en jeu est l'écoulement de la résine liquide avec une déformation limitée du renfort. Ce système est préconisé pour des préformes à grande perméabilité. Il présente

un important avantage par rapport au RTM par l'utilisation possible de résines à viscosité importante et de caractéristiques mécaniques élevées. En effet, la distance parcourue par la résine correspond à l'épaisseur de la pièce. Ce procédé est actuellement développé par les sociétés Hexcel Composites et SP Systems avec leur processus de RFI respectif HexFITTM et SPRINTTM. Il est utilisé dans l'automobile, la marine et surtout l'aéronautique car il présente l'avantage de manipuler de la résine en film de pré-imprégnés.

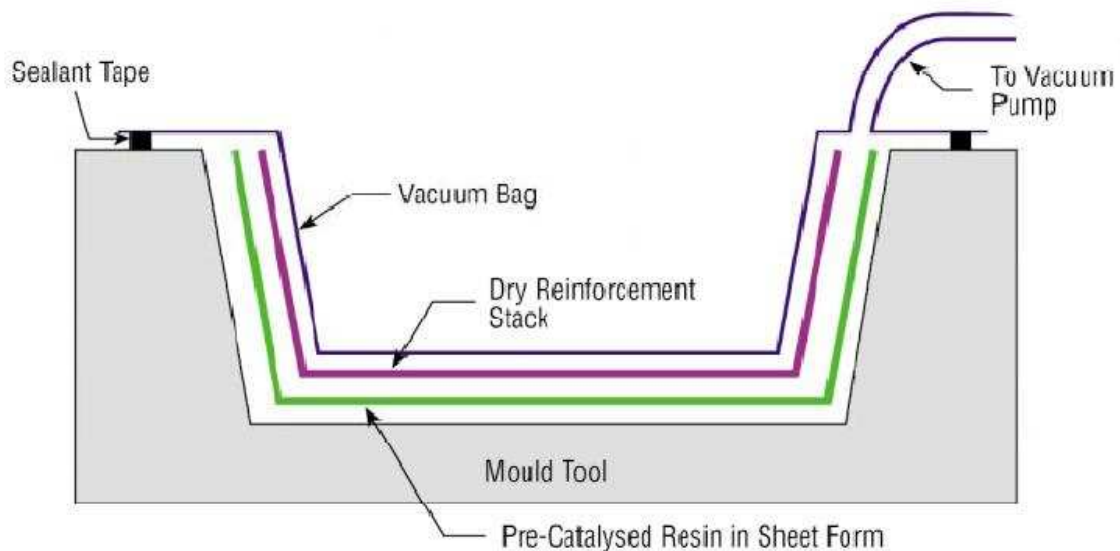


Figure 1.3 : Procédé d'infusion de film de résine (RFI) [Cripps, 2008]

Le RFI permet d'obtenir des structures avec des taux de porosités faibles ($V_p < 0.5\%$). En outre, pour permettre une bonne infusion, la cuisson se fait à température relativement élevée. La préfabrication de films résineux est nécessaire selon les proportions exactes à obtenir dans le composite. Cette contrainte n'est pas favorable en terme d'optimisation de coût et de temps de production. Pour contourner ces difficultés, d'autres procédés d'infusion ont vu le jour.

Dans l'infusion de résine liquide (LRI : Liquid Resin Infusion) le film est remplacé par une résine liquide. La résine est chauffée et aspirée grâce à par une pompe à vide sur une préforme sèche (figure1.4). La préforme est drapée et mise sous vide au préalable entre le moule et la bâche à vide. La résine s'infuse donc à travers l'épaisseur de la préforme à une température préconisée. Le processus se termine par une cuisson et un refroidissement de l'ensemble. Plus de détails sur ce processus seront donnés à la partie 1.3.

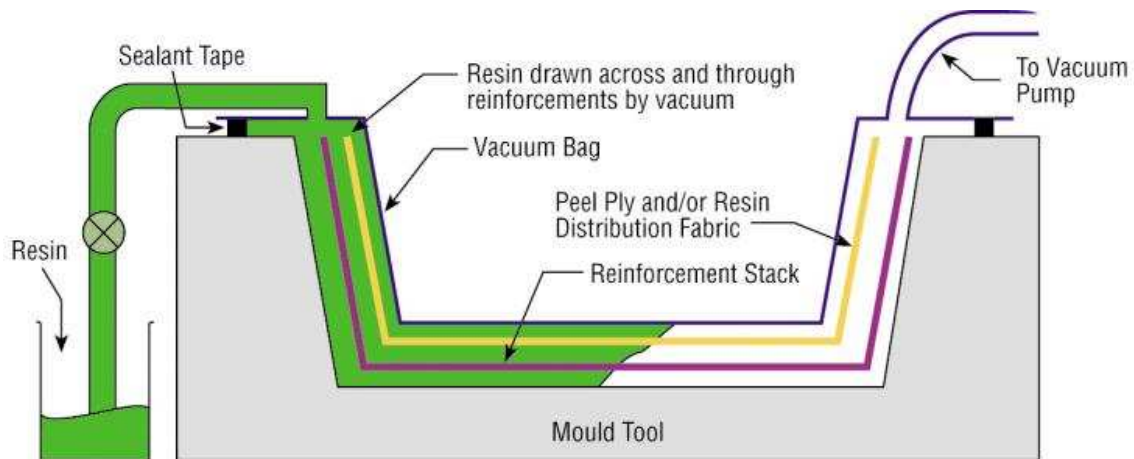


Figure 1.4 : Principe général d'infusion de résine liquide [Cripps, 2008]

Le procédé d'infusion de résine liquide est plus connu sous le sigle général VARTM pour « Vacuum Assisted Resin Transfer Molding ». Il a un avantage potentiel à savoir le coût de l'outillage et de production relativement bas pour des proportions en renforts de l'ordre minimal de 55%. La baisse de coût est la conséquence de l'utilisation d'une seule partie du moule rigide, de l'élimination des pressions additionnelles de compactage et d'injection pour faire place à l'apport unique de la dépression induite par une pompe à vide, et de l'utilisation d'une résine liquide. Par rapport au RFI, il y a un gain économique lié à la fabrication des films de résine qui n'est pas nécessaire dans ce cas. Cette technique est désignée selon plusieurs abréviations dépendant de la compagnie qui l'a développée pour ses besoins spécifiques.

La variante SCRIMP pour "Seemann's Composites Resin Infusion Molding Process" a été développée dans le but de permettre l'infiltration rapide à travers les préformes poreuses (tissus, tresses, tricots, cousus...) pour des structures complexes de grandes dimensions. Elle consiste à utiliser des couches de perméabilités élevées (tissus drainants ou de distribution) pour faciliter la distribution rapide de la résine dans toute la pièce. La résine s'écoule avec un front incliné (figure 1.4). La figure 1.5 présente le schéma de principe de cette variante. Le SCRIMP permet une réduction du temps de cycle de production.

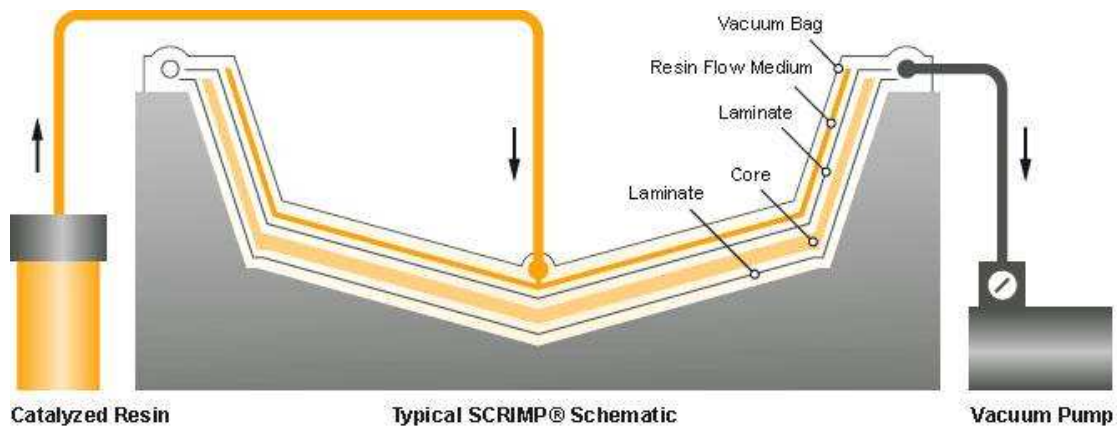


Figure 1.5 : Infusion de résine liquide par la méthode SCRIMP [T.P.I, 2002]

La technique **CAPRI** (Controlled Atmospheric Pressure Resin Infusion) est une variation du SCRIMP breveté par la compagnie BOEING [Woods *et al.*, 2005]. Elle permet le contrôle et le maintien d'une pression exacte dans la préforme durant toute l'infusion de la résine à l'aide d'un filet de compactage. Cette technique minimise les gradients d'épaisseur de la pièce pendant et après l'infusion. Elle permet d'avoir une bonne fraction volumique en fibres (supérieure à 65%), et des surfaces de pièces en finition équivalentes ou supérieures à celles effectuées en utilisant un autoclave. A l'aide du CAPRI, une importante résistance spécifique du composite (rapport de la résistance mécanique par la masse volumique) peut être obtenue. C'est l'une des méthodes préconisées pour des composites de qualité aérospatiale.

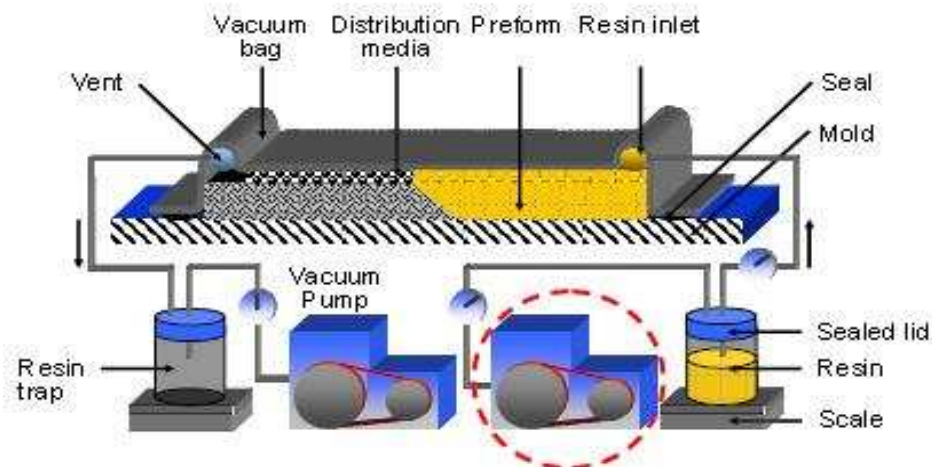


Figure 1.6 : Infusion de résine liquide selon la méthode CAPRI [Niggemann *et al.*, 2005]

La méthode **VAP** (Vacuum Assisted Process) a été développée et brevetée par EADS. Elle est proposée dans le monde entier par SAERTEX qui est titulaire de sa licence. Cette technique d'infusion de résine utilise aussi le vide. A la différence des autres techniques, le VAP utilise en plus de la bûche à vide une membrane supportant une basse pression d'infiltration (figure 1.7). La préforme de composite à infiltrer est couverte par une membrane perméable au gaz et imperméable à la résine. La résine est freinée et reste dans la cavité de la préforme tandis que l'air et les gaz sont évacués. Les bulles et les cavités à l'intérieur de la structure (les porosités) sont ainsi fortement réduites [SAERTEX].

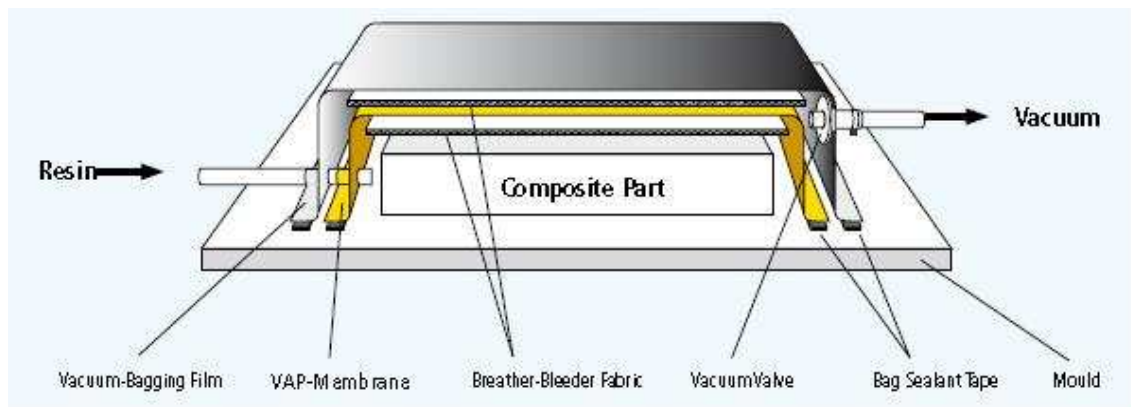


Figure 1.7 : Infusion de résine liquide selon la méthode VAP [SAERTEX]

La méthode VAP est devenue populaire dans l'aviation militaire et civile (par exemple sur l'Airbus A380) ainsi que dans l'industrie automobile. Elle permet aussi de faire des pales de rotor pour les éoliennes. Les avantages de la VAP par rapport aux autres procédés de fabrication sont au niveau de la minimisation des zones d'air piégé dans la pièce. La distribution du vide est uniforme lors de l'infusion et la cuisson. La fraction volumique de fibres est homogène dans toute l'épaisseur. Ce sont des avantages en terme de fiabilité du procédé et de qualité des pièces finales.

Afin de diminuer le coût de production, avoir une rapidité de mise en œuvre, optimiser la qualité et les propriétés des composites, l'infusion de résine sous moule flexible s'avère être toujours relativement chère comme procédé de fabrication. Ce coût se traduit en particulier par la partie de moule rigide par rapport à l'autre qui est souple. Aussi, d'autres procédés d'infusion de résine sous moule souple continuent à être développés.

I.1.2.3 Infusion de résine entre deux moules flexibles

C'est un nouveau procédé conçu et développé par le Florida Advanced Center for Composite Technologies (FACCT) [Nwabuzor, 2004]. L'infusion de résine entre deux moules flexibles ou RIDFT (Resin Infusion between Double Flexible Tooling) est un procédé d'infusion à deux phases principales : infusion de la résine, puis mise en forme (figure 1.8). La première phase consiste à placer entre deux membranes flexibles une préforme sèche. Les membranes sont scellées pour établir l'étanchéité. Puis, la résine est aspirée dans la cavité et elle s'infuse à travers l'épaisseur de la préforme sous vide. La seconde étape commence lorsque ce processus d'infusion a été accompli. Il y a une formation du vide dans la cavité appliquée à l'ensemble renfort/résine/membranes. Ensuite, l'ensemble est tiré vers un moule mâle pour que la pièce prenne sa forme finale. Cette phase se termine par une étape de démoulage.

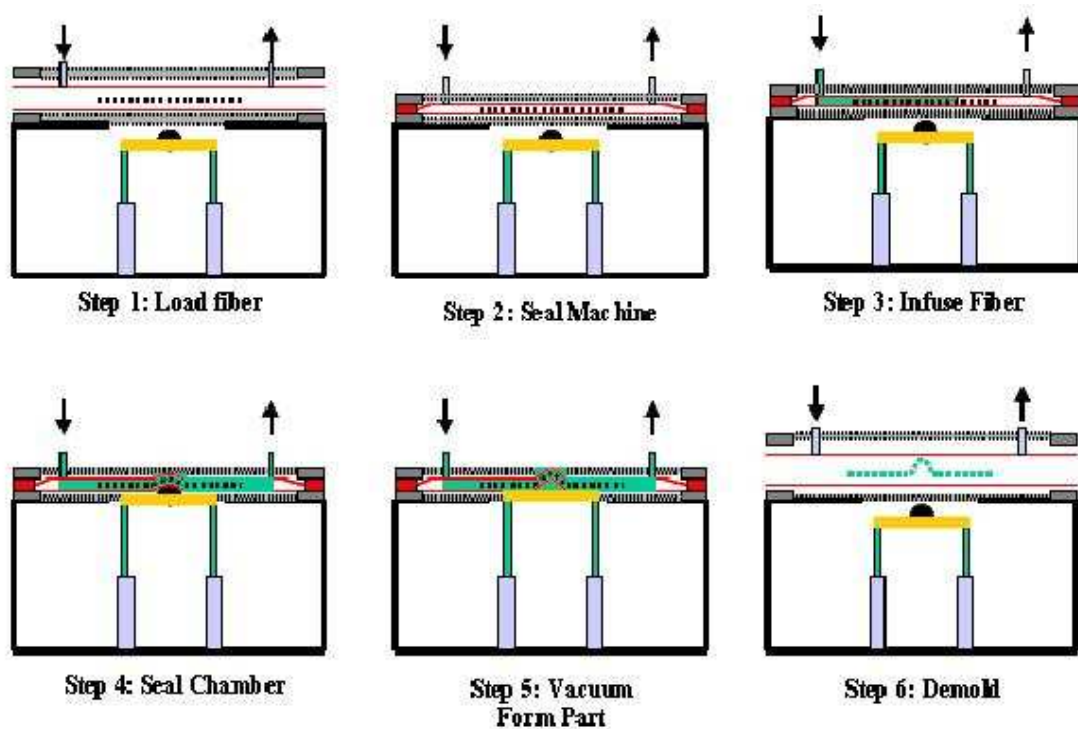


Figure 1.8 : Représentation schématique du RIDFT [Nwabuzor, 2004]

Le RIDFT favorise encore plus la diminution du coût d'outillage par rapport aux autres (RTM, VARTM, SCRIMP). Il utilise un moule à simple face ou unilatérale. Ce système permet d'éviter le contact du renfort imprégné de résine avec le moule et une netteté de surface. Il y est possible d'utiliser une large gamme de matériau pour la fabrication du moule de forme. Les recherches sur le RIDFT portent sur la variation du temps de cycle en fonction du temps de cuisson. Ce procédé est développé pour réduire le temps de cycle, le coût de l'outillage et la durée de

production. Les dispersions dimensionnelles sont aussi étudiées. Des recherches se font actuellement sur le développement des prototypes pour la fabrication des pièces à dimensions variables et l'évaluation des propriétés mécaniques induites [Teemer *et al.*, 2006; Thagard *et al.*, 2004].

I.1.3 Principaux points différentiant et conclusions sur les procédés de mise en œuvre des CMO à moule fermé par voie liquide

Au bilan, il existe plusieurs technologies de mise en œuvre de CMO thermodurcissables. Celles à moule fermé par voie liquide permettent d'éliminer ou de réduire l'émission des composés organiques volatils (COV) se produisant lors des techniques dites à moule ouvert comme le moulage au contact, moulage par projection de résine ou projection simultanée. Le second moteur de leur développement est la réduction des coûts de production et l'amélioration des propriétés des produits finaux pour les besoins spécifiques des secteurs d'application. En fonction de la pression et du type de moule utilisé, les procédés de fabrication par voie liquide ont plusieurs variantes qui ont pu être classées en trois grandes catégories (tableau 1.1).

Le principe du LRI et le mode de fabrication des composites par ce procédé est à présent connu et utilisé par les industriels. Leurs préoccupations actuelles portent sur :

- ✓ *La réduction du temps de cycle de production*
- ✓ *La fabrication de pièces larges et de formes complexes*
- ✓ *L'amélioration de la résistance spécifique et de la qualité des stratifiés infusés*
- ✓ *Le contrôle et la reproductibilité des pièces structurelles pour industrialisation*

Pour répondre aux besoins spécifiques liés au LRI cités ci-dessus, il nous est donc nécessaire de faire une revue des problématiques scientifiques en terme d'influence des paramètres procédés sur les propriétés des structures infusées.

Tableau 1.1 : Points différenciant en terme de principes généraux de fabrication
[Berreur *et al.*, 2002; Binétruy, 2006; Brandt, 2004; CARMA, 2006; Nwabuzor, 2004]

Procédés		Moule	Pression	Commentaires	Développements en cours dans l'aéronautique
Injection de résine à moule rigide	RTM	* Deux parties rigides	* Fermeture du moule * Injection de résine * Pression interne élevée * Pas homogène	* Injection dans le plan sous pression * Uniformité de la densité limitée au cœur * Ecoulement dans un renfort stationnaire	* Assemblages résistants aux chocs
	RTM Eco	* Deux parties rigides	* Fermeture du moule * Injection de résine * Utilisation du vide * Pression interne faible * Homogène	* Injection dans le plan sous pression avec utilisation du vide * Densité uniforme au cœur * Ecoulement dans un renfort stationnaire	* Perfectionnement des outils de simulation et de conception
Infusion de résine liquide sous moule flexible RIFT	RFI	* Une partie rigide * Une partie souple	* Pas de pression extérieure additionnelle * Utilisation du vide	* Film de résine et renfort sec * Infiltration, consolidation et cuisson simultanées * Ecoulement avec déformation limitée * Taux de fibres élevé	* Pièces de grande taille et de forte épaisseur * Démonstration de la faisabilité technologique * Industrialisation des assemblages * Validation par des essais structuraux
	LRI	* Une partie rigide * Une partie souple	* Pas de pression extérieure additionnelle * Utilisation du vide	* Utilisation d'un tissu drainant * Infusion à travers l'épaisseur sous vide * Démoulage facile * Ecoulement dans un renfort stationnaire	* Pièces larges et de formes complexes * Amélioration de la résistance spécifique et de la qualité * Renforcements structuraux * Contrôle et reproductibilité des pièces structurales pour industrialisation * Réduction du temps de cycle de production
Infusion de résine liquide entre deux moules flexibles RIDFT		* Deux parties souples	* Utilisation du vide	* Infusion à travers l'épaisseur * Formation du vide après infusion dans la cavité * Préformage de la pièce après infusion * Démoulage facile * Ecoulement dans un renfort stationnaire	* Pièces de dimensions variables * Evaluation des propriétés mécaniques des structures

I.2 PROBLEMATIQUES SCIENTIFIQUES RELATIVES AU PROCEDE D'INFUSION DE RESINE LIQUIDE (LRI)

I.2.1 Description du procédé d'infusion de résine liquide

Comme énoncé à la partie précédente, le L.R.I est considéré comme un procédé à faible coût de fabrication des composites. Il ne nécessite pas de pression supplémentaire pour compacter la préforme ni pour injecter la résine. De plus, le processus de réticulation de la résine lors de la fabrication est réalisé hors autoclave. L'infusion de résine liquide consiste à faire passer de la résine chauffée à travers l'épaisseur d'une préforme sèche. Son écoulement est généré par une aspiration induite par une pompe à vide. La préforme est drapée sur un moule (figure 1.9). Au-dessus d'elle se place un tissu d'arrachage qui a pour but de faciliter le démoulage des pièces après solidification. Le tissu drainant situé au-dessus du tissu d'arrachage permet de favoriser l'écoulement de la résine d'abord en surface puis dans l'épaisseur de la préforme. Une bâche à vide recouvre l'ensemble en créant une cavité étanche grâce au joint disposé autour du moule.

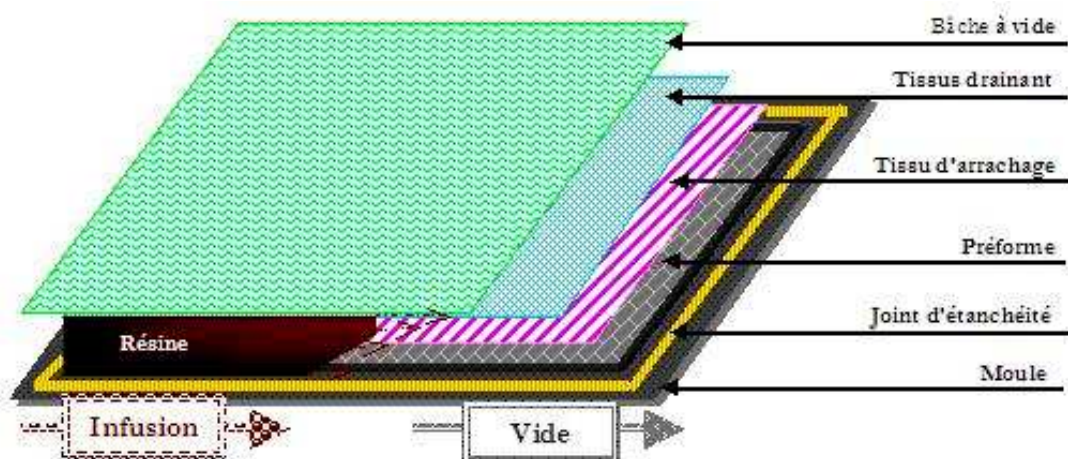


Figure 1.9 : Schéma descriptif de l'infusion de résine liquide (LRI)

La bache à vide est une membrane souple. Elle est utilisée dans l'infusion comme contre-moule (voir partie 1.2 par comparaison au RTM). Le tissu drainant est un milieu de distribution de résine ayant une perméabilité transverse supérieure à celle de la préforme. Il facilite l'arrivée de la résine en surface le long de la pièce. Ensuite, celle-ci poursuit son écoulement dans l'épaisseur. La résine s'infuse donc grâce à la combinaison du vide et des effets capillaires. La capillarité de la préforme dépend du contact statique et dynamique de la résine avec les fibres du renfort. La vitesse d'écoulement de la résine dans la préforme est régie par la loi de Darcy (Eq. 1.1). Elle dépend du gradient de pression atteint dans l'ensemble bache à vide et moule, de la viscosité de la résine et de la perméabilité de l'empilement. Cette perméabilité est fonction du nombre de plis de renfort formant la préforme et du nombre de tissus drainants utilisés.

$$\vec{v} = \frac{-[K]}{\mu} \nabla \bar{P} \quad (1.1)$$

✓ \vec{v} (m.s⁻¹) : vitesse moyenne de la résine,

✓ $[K]$ (m²) : tenseur de perméabilité,

✓ μ (Pa.s) : viscosité de la résine

✓ $\nabla \bar{P}$ (Pa.m⁻¹) : gradient de pression

L'étude des phénomènes se produisant au cours du procédé LRI est très complexe. Il s'agit d'un processus multiphysique impliquant plusieurs domaines de compétences (rhéologie, thermique, chimie, thermocinétique...). Ces domaines sont fortement couplés au cours du processus de fabrication des composites infusés. Ainsi, identifier les paramètres liés au procédé qui pourraient a priori créer des variations des propriétés mécaniques et avoir des effets sur la santé matière de ces composites n'est pas trivial. Il est connu que les propriétés finales des structures infusées sont causées en premier par les caractéristiques intrinsèques des constituants utilisés (type de renfort et de résine). Mais, à cause des dispersions rencontrées entre ces propriétés pour le même procédé de mise en œuvre, tout laisse à croire qu'elles dépendent aussi de la configuration du procédé d'infusion et/ou des températures utilisées lors du processus de fabrication. Il convient donc de recenser au préalable les paramètres procédés susceptibles d'influence sur la tenue mécanique des structures infusées, l'état de leur microstructure, leur stabilité dimensionnelle et leur taux de fibres et de porosités.

I.2.2 Identification des paramètres procédés de fabrication

Des recherches sur les procédés d'infusion sous vide (VIP) en général ont permis d'identifier les principaux paramètres de fabrication se rapportant à l'infusion de résine liquide. Les paramètres identifiés dans la littérature sont ceux qui sont susceptibles d'avoir le plus d'effets sur les performances et la qualité des structures composites infusées. Nous les avons classés en trois groupes principaux :

- ✓ *La nature de la préforme*
- ✓ *La configuration du procédé*
- ✓ *Les températures du procédé*

La nature de la préforme dépend du type de renfort utilisé pour le drapage. Les renforts sont extrêmement divers. Ils peuvent être constitués d'un empilement de tissus sous forme de mats, d'unidirectionnels (UD) ou multi-axiaux (2D, 3D ou des combinaisons d'UD assemblés (NCF : Non-Crimp-Fabric)), de tissés ou de tricotés (figure 1.10). Ils peuvent aussi avoir ou non des *renforts transversaux* (piquage ou couture)¹. Le *nombre de plis* de renfort, la nature du poudrage et le drapage des plis sont aussi susceptibles d'avoir une influence sur les propriétés des stratifiés.

Les tissus N.C.F en particulier sont des tissus multi-axiaux où les fibres ne présentent pas l'ondulation caractéristique des tissus traditionnels (sergés, tafta, etc...). Elles restent droites (figure 1.10F) dans leur direction de stratification ($\pm 45^\circ$, 0° et 90° par exemple). Pour les fabriquer, plusieurs plis UD sont liés à l'aide d'un fil par des points de maintien de position des fibres orientées dans le plan. Le fil utilisé a de faibles propriétés mécaniques par rapport aux fibres du renfort considéré. Ce fil n'a pas un rôle structural dans le renfort. La conservation de la rectitude des fibres dans les NCF confère a priori au stratifié des propriétés mécaniques supérieures [Klunker *et al.*, 2008; Mattsson, 2005]. Dans l'aéronautique, l'on cherche à remplacer les pré-imprégnés classiques par ce type d'architecture car ils permettent un drapage facile et sont moins coûteux en main d'œuvre. Le lien entre la mise en œuvre par le procédé d'infusion de résine des stratifiés renforcés de fibres de carbone NCF quadri axiaux et leurs propriétés à rupture ainsi que leur santé matière est mal connu. Il fait partie des préoccupations industrielles [Pansart *et al.*, 2009]. Cette recherche s'est

¹ Les détails sur les renforts transversaux sont abordés à la partie 1.4 de ce chapitre.

donc restreinte à ce type de renfort avec quatre axes d'orientations différentes sur une même couche de tissu².

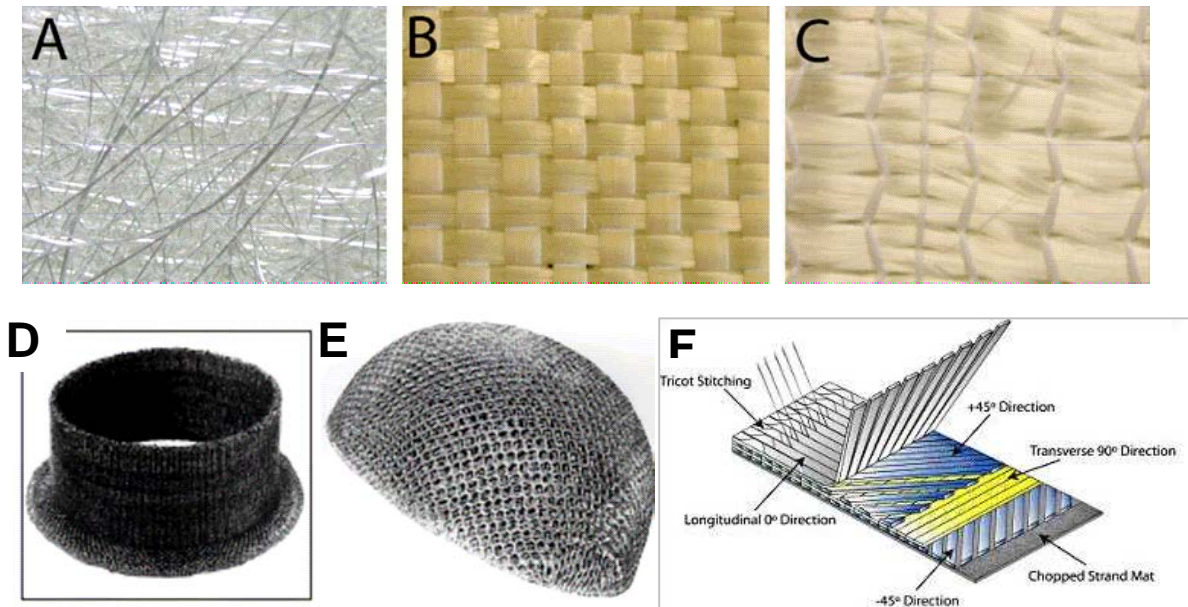


Figure 1.10 : Architectures de renfort A- Mat, B- Tissé, C- UD Cousu [Zhou et al., 2007], D- Tissu 3D, E- Tricot [Mouritz et al., 1999], F- NCF [Toral, 2009]

La configuration du procédé concerne ici l'ensemble des dispositions et des conditions de montage des éléments nécessaires pour le processus d'infusion. Elle regroupe le *gradient de pression* atteint entre la bûche et le moule, les techniques ainsi que les points d'injection de résine et de prise du vide. Il est aussi pris en compte dans la recherche des paramètres *le lieu* où sont situées les préformes par rapport aux points d'injection pendant le processus. Le nombre ou la présence de *tissus drainants* la résine lors de son infusion sera aussi inséré dans ce groupe comme paramètre.

Les températures du procédé représentent ici toutes les températures utilisées au cours de la fabrication d'un stratifié infusé. Il s'agit en premier de la *température du moule*. C'est la température que le moule doit atteindre pour chauffer la préforme avant sa mise sous vide. Ensuite, il y a la *température d'injection* de la résine et sa *température de cuisson* qui permet la réticulation du stratifié.

Tous ces paramètres pourraient à priori engendrer de façon unique ou par interaction des uns aux autres des conséquences sur les composites fabriqués. Les caractéristiques morphologiques et les résistances mécaniques des pièces seraient modifiées à cause des effets qu'ils provoquent. Les recherches dans ce sens ont permis d'identifier quelques effets liant paramètres et propriétés.

² Les spécifications liées aux tissus NCF dont est constituée la préforme des stratifiés infusés de cette thèse seront présentées au chapitre III.

I.2.3 Relations entre paramètres procédés et propriétés des structures infusées

Les paramètres procédés recensés dans la littérature sont liés de manière générale aux procédés de mise en œuvre des matériaux composites à moule fermé par voie liquide. Ceux ayant des implications fortes sur les propriétés des structures composites fabriquées selon le procédé LRI ont été identifiés. Cette partie détaille leurs influences par catégorie de propriétés du composite final.

I.2.3.1 Influence sur les propriétés morphologiques

Les propriétés morphologiques d'un composite sont son taux de fibres, son taux de porosités et son épaisseur. Sa santé matière représente l'état de sa microstructure. L'écoulement de la résine pour le remplissage complet de la pièce s'apparente à l'écoulement d'un fluide dans un milieu poreux. Comme expliqué précédemment, ce phénomène est représentée par la loi de Darcy (Eq. 1.1).

L'infiltration de la résine dans le renfort se fait de manière macroscopique et microscopique. En effet, la résine pendant l'infusion pénètre dans des espaces situés entre les mèches et au sein d'elles (entre les fibres, figure 1.11).

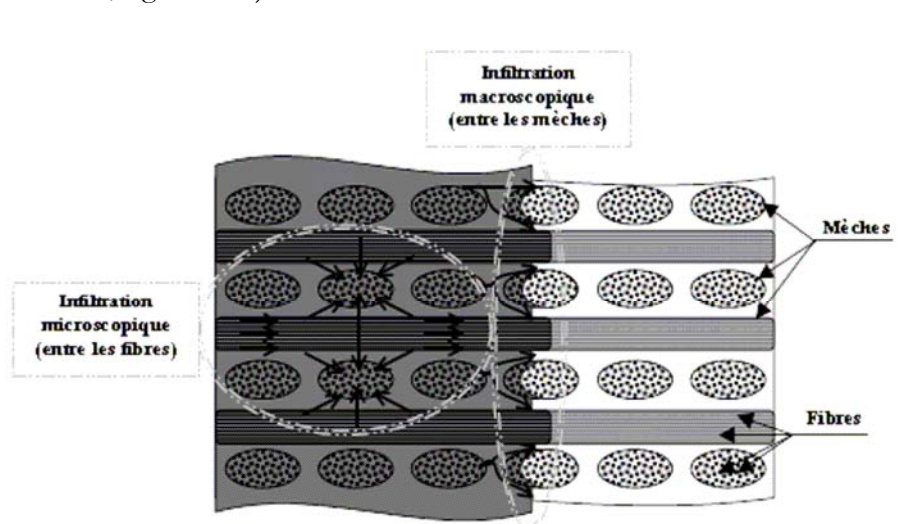


Figure 1.11 : Schéma d'infiltration de la résine dans un renfort

L'écoulement de la résine engendre la formation des macros ou des micros porosités à l'intérieur du composite. C'est l'une des causes mécaniques d'apparition des porosités [Ledru, 2009]. La formation mécanique de porosité se fait par l'emprisonnement d'air pendant la phase de fabrication. Des bulles d'air peuvent aussi se retrouver piégées, dans la résine au cours de son

dégazage ou durant l'imprégnation du renfort, ou encore dans la préforme pendant son drapage. La formation des macros ou des micros porosités se fait donc pendant la phase d'imprégnation du renfort. Elle dépend de la vitesse d'écoulement de la résine. Les macros porosités sont principalement présentes dans la pièce lorsque la vitesse est faible et les micros porosités sont observées pour des vitesses d'écoulement plus élevées (figure 1.12).

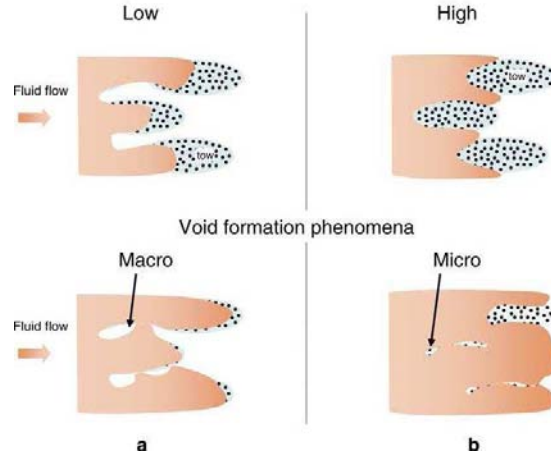


Figure 1.12 : Formation des macros et micros porosités en fonction de la vitesse de déplacement du fluide lors de l'imprégnation d'un renfort [Ruiz et al., 2006], (a) Vitesse faible, (b) Vitesse élevée

La loi de Darcy nous montre que cette vitesse dépend de la viscosité de la résine. D'autre part, la viscosité est une fonction de la température et de l'avancement de la réaction de polymérisation de la résine. Elle s'exprime par le modèle de Castro et Macosko (Eq. 1.2).

$$\mu(T, \alpha) = \mu_0 \exp\left(\frac{E_a}{R \times T}\right) \left(\frac{\alpha_g}{\alpha_g - \alpha}\right) \quad (1.2)$$

- ✓ μ (Pa.s) : Viscosité de la résine à chaque qu'instant
- ✓ T (°K) : Température de la résine
- ✓ α_g (°K) : Degré de cuisson au point de gel
- ✓ α (°K) : Avancement de la réaction
- ✓ μ_0 (Pa.s) : Viscosité de la résine à température d'injection
- ✓ E_a (kJ.mol⁻¹) : Energie d'activation d'Arrhenius
- ✓ R (J.mol⁻¹.K⁻¹) : Constante universelle des gaz parfaits

La viscosité diminue quand la température augmente. Une faible viscosité favorise la diffusion des bulles d'air mobiles au sein du matériau. Elle contribue ainsi à la croissance ou la dissolution de ces bulles toujours par les phénomènes de diffusion [Ledru et al., 2010]. C'est la formation thermodynamique des porosités qui est la deuxième cause après celle mécanique. Ces

deux causes de formation des porosités peuvent apparaître individuellement comme simultanément pendant le processus d'infusion. Lorsque la température d'injection de la résine et/ou du moule augmentent, la viscosité de la résine diminue et sa vitesse d'écoulement augmente. En fonction de la vitesse d'écoulement de la résine, les macros et les micros porosités peuvent se distinguer clairement comme illustré aux figures 1.12 et 1.13.

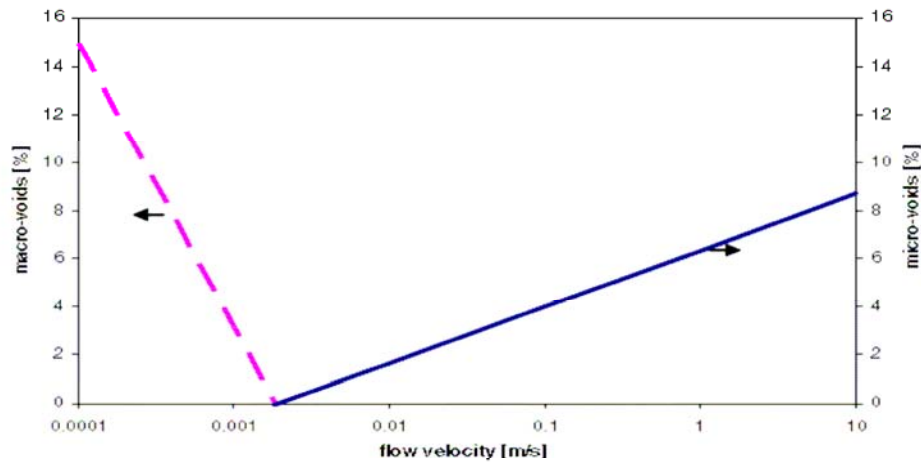


Figure 1.13 : Mesure de la fraction de macros et micros porosités en fonction de la vitesse d'écoulement axiale [Ruiz et al., 2006]

Notons que les taux de porosités trouvés dans ces études sont énormes. Il est donc préconisé de réduire ces porosités en faisant tendre la vitesse d'écoulement vers une vitesse optimum [Labat *et al.*, 2001; Ruiz *et al.*, 2006]. Aux vitesses inférieures à la vitesse optimum, des macros porosités sont formées et à des vitesses supérieures ce sont les micros porosités. Cela relève de l'idée selon laquelle pour générer un minimum de porosités, il faut que le front de résine avance à la même vitesse dans les mèches et entre les mèches (figure 1.11).

La loi de Darcy (Eq. 1.1) décrit l'écoulement d'un fluide au travers d'un milieu poreux saturé. Pour un milieu insaturé, la vitesse apparente unidirectionnelle (v) est obtenue en incorporant l'espace laissé libre par la fibre $1-V_f$ (Eq. 1.3). V_f représente le taux de fibres, la vitesse du front de résine est à une distance L du seuil d'injection.

$$v = \frac{K}{\mu} \cdot \frac{P}{L} \frac{1}{(1 - V_f)} \quad (1.3)$$

De cette équation par intégration, l'on peut avoir l'expression du temps de remplissage t_r d'une pièce de longueur L (Eq. 1.4) pour un écoulement unidirectionnel à **pression constante** [Berthet *et al.*, 2010] et ainsi déterminer la perméabilité 1.D d'un renfort.

$$\int_0^{t_r} dt = \int_0^L \frac{dx}{v}$$

$$\Rightarrow t_r = \int_0^L \frac{\mu}{K \times P} (1 - V_f) x dx$$

$$\Rightarrow t_r = \frac{\mu}{2K} \times \frac{L^2}{P} (1 - V_f) \quad (1.4)$$

On peut aussi déduire de l'équation 1.4 la relation qui existe entre la vitesse et le temps de remplissage par :

$$v = \frac{L}{2 t_r} \quad (1.5)$$

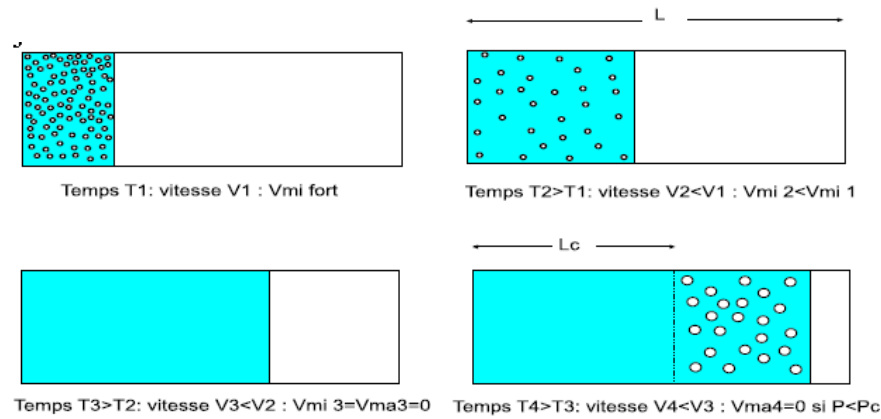


Figure 1.14 : Différents types de porosités créés lors d'une injection de résine [Labat et al., 2001]

L'équation 1.5 montre que la vitesse d'écoulement de la résine est aussi fonction de la longueur de la structure à infuser et du temps de remplissage complet. Pour une longueur de structure à infuser, la vitesse de la résine décroît avec le temps (figure 1.14 [Labat *et al.*, 2001]). Au point d'injection de résine, la vitesse est élevée. Les micros porosités sont alors créées en grand nombre. Au cours de l'infiltration de la résine, la vitesse décroît et le taux de micros porosités diminue. A un instant t , la vitesse optimum est atteinte. Elle est constante en tout point de l'écoulement et aucune porosité n'est présente dans le composite. Les taux de porosités sont donc nuls. Lorsque la vitesse passe en dessous de la vitesse optimum, il y a formation des macros porosités. Leur taux croît avec le temps tandis que la vitesse continue à décroître. De cette illustration, il en ressort que **le lieu où est située la préforme pendant le processus d'infusion est important pour l'analyse de la santé matière d'un composite final**. Une préforme placée proche du point d'injection de résine et une autre vers le point relié à la pompe à vide sont

susceptibles de ne pas avoir les mêmes propriétés morphologiques vue que le lieu est en relation directe avec le temps de remplissage d'où la vitesse d'écoulement de la résine.

En outre, ce temps de remplissage dépend aussi de la vitesse d'écoulement de la résine. Il fait intervenir dans son expression (Eq. 1.4) la perméabilité du milieu poreux (K) et la fraction volumique de fibres (V_f). Ces deux grandeurs peuvent être liées [Govignon *et al.*, 2008] grâce à une expression semi-empirique de l'équation de Carman – Kozény modifiée (Eq.1.6).

$$K = \frac{d^2}{16.k} \frac{(1 - V_f)^3}{V_f^2} \quad (1.6)$$

- ✓ K : perméabilité du milieu
- ✓ k : constante de Kozény
- ✓ d (m) : diamètre de la fibre

Le tissu drainant dans le montage du procédé LRI a pour fonction de réduire la résistance à l'écoulement dans la préforme. Le tissu drainant accélère l'écoulement de la résine au cours du remplissage grâce à sa perméabilité supérieure. Il y a un décalage de distance au niveau du front d'écoulement de résine dans les deux milieux (figure 1.15) par rapport au point d'injection. La résine s'écoule rapidement dans le sens long du drainant par rapport à la préforme [Dong, 2008]. La perméabilité dans le sens long d'un empilement de n couches s'exprime comme une moyenne arithmétique des perméabilités pondérées par l'épaisseur (Eq. 1.7). La loi d'association de perméabilité et l'équation 1.4 permettent de déterminer et/ou de calculer la perméabilité d'un assemblage en fonction du niveau de connaissance des perméabilités.

$$\bar{K} = \frac{\sum_i K_i \times h_i}{\sum_i h_i} \quad (1.7)$$

- ✓ \bar{K} : perméabilité de l'empilement
- ✓ K_i : perméabilité de la couche i
- ✓ h_i : épaisseur de la couche i

La présence et/ou le nombre de tissus drainants influence aussi la vitesse d'écoulement et le temps de remplissage. Le temps de remplissage sera plus court pour une présence de tissus drainants plus élevée qui engendre une vitesse plus importante de la résine. Des injections périphériques par opposition à une injection centrale favorisent aussi la réduction du temps de remplissage [Lee *et al.*, 1999]. Plusieurs points d'injection permettent également un temps de remplissage plus court. Des règles de positionnement des points d'injection ont été proposées [Pearce *et al.*, 1998; Walsh *et al.*]

pour permettre d'éviter l'emprisonnement des bulles et la formation des macros porosités par la convergence des fronts. Mais ce processus est délicat à mettre en œuvre et peut réduire l'étanchéité de la cavité à cause des multiples ouvertures dans le cas de l'infusion sous moule flexible.

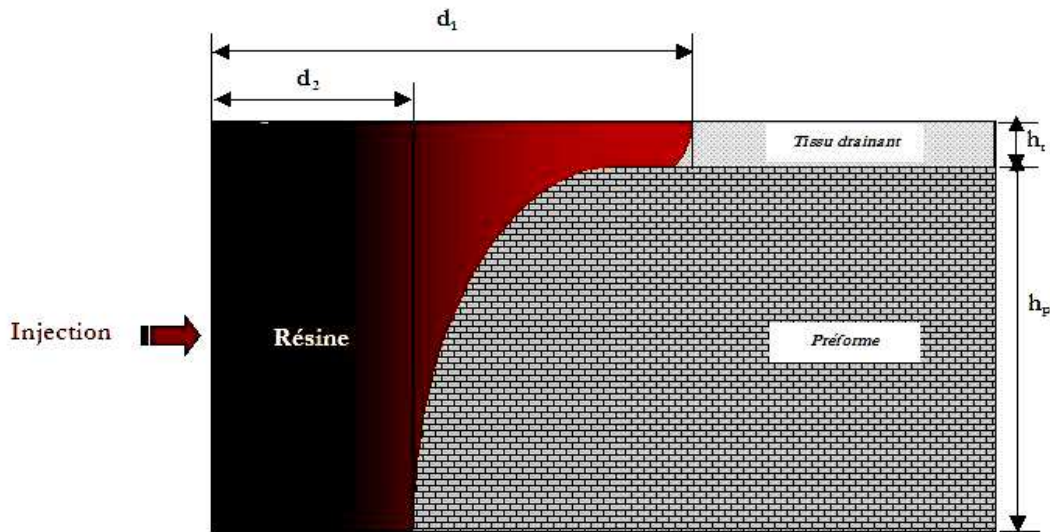


Figure 1.15 : Front d'écoulement de la résine dans la cavité

$$V_f = \frac{N_p \times w}{\rho_f \times h} \quad (1.8)$$

- ✓ V_f : fraction volumique en fibres
- ✓ N_p : nombre de plis
- ✓ h (m) : épaisseur de la pièce
- ✓ w (kg/m²) : masse surfacique du renfort
- ✓ ρ_f (kg/m³) : masse volumique de fibres

La perméabilité est liée à la fraction volumique de fibres (Eq. 1.6 et 1.8). Le taux de fibres dépend du type de renfort et du drapage des plis que forme la préforme. En plus du nombre de tissus drainants, l'avancée du front de résine et l'imprégnation complète de la structure dépendent aussi de la nature de la préforme. La vitesse d'écoulement varie par conséquent en fonction de la fraction volumique de fibres. Les micros porosités qui se forment principalement à vitesse importante se trouvent en majorité dans les composites dont les renforts présentent une morphologie de pores favorable à l'écoulement telle que les multi-axiaux et les cousus [Binétruy, 2004; Zhou *et al.*, 2007]. La couture a une grande influence pendant le processus d'infusion par l'écoulement transverse de la résine à travers la préforme. En effet, la couture a des conséquences sur la perméabilité transversale et longitudinale de la préforme. Le fil de couture laisse transversalement un chenal macroscopique. En revanche, une réduction du taux volumique de fibre est observée dans un cousu à cause de la création des amas de résine autour de la couture lors de son

infiltration [Botelho *et al.*, 2006; Dransfield *et al.*, 1994; Govignon *et al.*, 2008; Mouritz, 2007; Zhang *et al.*, 2006].

En revenant à la loi de Darcy (Eq. 1.1), le gradient de pression est aussi une variable de la vitesse. Dans le processus d'infusion, ce gradient prend en considération le niveau de vide atteint dans la cavité. S'il est poussé, c'est à dire le gradient de pression important, la vitesse d'écoulement est grande. Plusieurs auteurs présentent ce niveau de vide comme un paramètre primordial pour l'obtention d'une meilleure qualité (santé matière) des matériaux. Des effets directs sur la mouillabilité des fibres, l'adhésion fibre/matrice, la fraction volumique de fibres et l'épaisseur de la pièce fabriquée sont observés [Amouroux, 2006; Berthet, 1998; Govignon *et al.*, 2008; Thomas *et al.*, 2002; Yenilmez *et al.*, 2008; Yenilmez *et al.*, 2009].

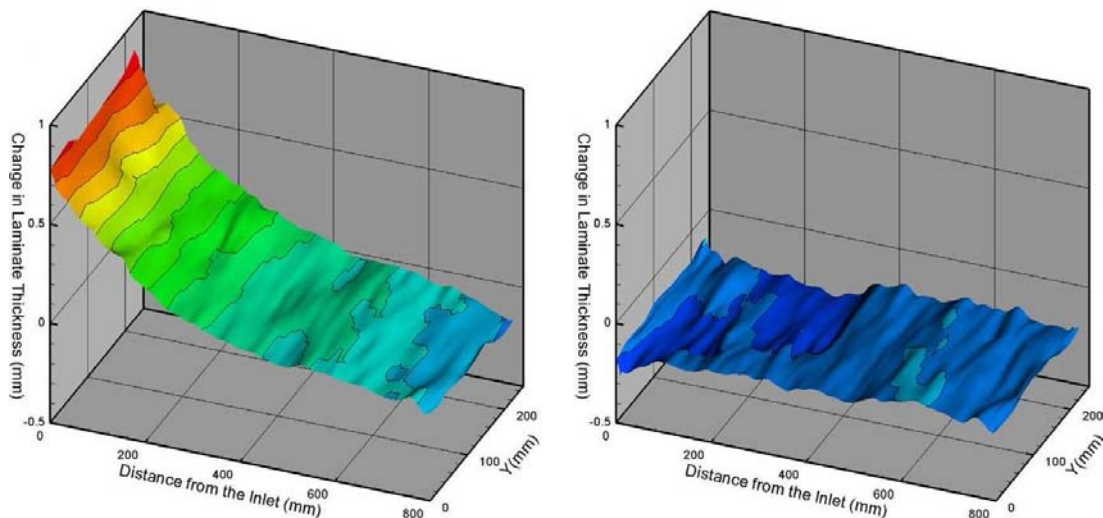


Figure 1.16 : Champ de variation de l'épaisseur le long d'une pièce infusée [Govignon *et al.*, 2008] à la fin du remplissage (gauche) et après le post-remplissage ou repos (droite)

GOVIGNON a montré par exemple qu'au cours de l'infusion, la pression dans la cavité est non uniforme le long de la pièce. La pression à la prise de vide est inférieure à la pression au milieu de la pièce et celle-ci est aussi inférieure à la pression d'injection de résine. Cette variation de pression entre l'entrée et la sortie de résine cause des variations d'épaisseurs (figure 1.16) et donc aussi des variations de fraction volumique de fibres (Eq. 1.7) en fonction du temps par rapport au point d'infusion (figure 1.17). Par exemple l'épaisseur d'une pièce infusée peut avoir une variation d'environ 13% entre l'entrée et la sortie de résine ce qui entraîne une réduction de 11% du taux de fibres entre le début et la fin de l'infusion [Govignon *et al.*, 2008]. AMOUROUX [Amouroux, 2006] et YENILMEZ [Yenilmez *et al.*, 2008] approuvent ce constat de variation d'épaisseur de pièce finale

en complétant que cela est du aussi à la relaxation des fibres pendant la phase de mise sous vide et l'étalement de la résine au cours de la cuisson.

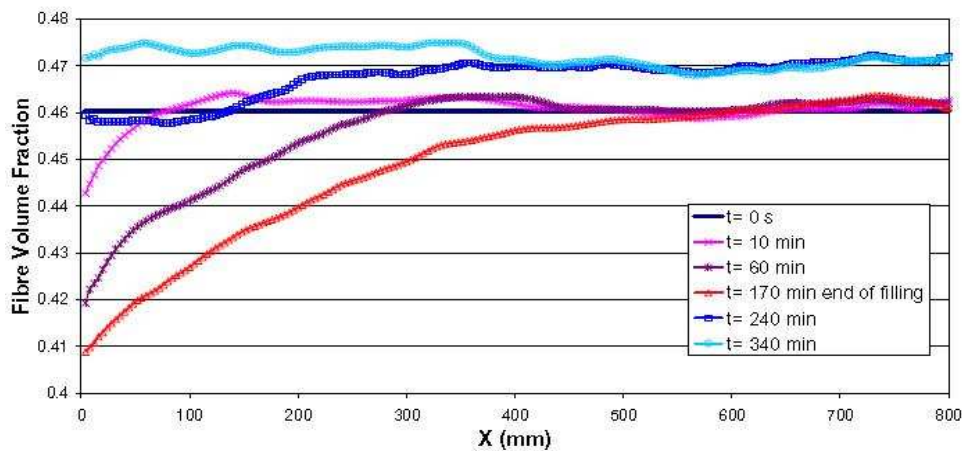


Figure 1.17 : Variation de la fraction volumique de fibres le long d'un stratifié pour une expérience standard [Govignon et al., 2008]

Pour palier à ce problème de variation d'épaisseur et de fraction volumique de fibres dans les pièces finales infusées, des auteurs proposent quelques solutions. Il est nécessaire de faire reposer la préforme infusée pendant quelques temps après la phase d'infusion complète pour stabiliser la structure avant la cuisson. La durée de repos préconisée est sensiblement égale au temps total d'infusion [Amouroux, 2006; Govignon *et al.*, 2008; Yenilmez *et al.*, 2008]. Un gain d'environ 1% de taux de fibres après le repos entre le taux initial et le taux final de la structure peut être estimé (figure 1.17). THOMAS [Thomas *et al.*, 2002] suggère d'utiliser une température de cuisson moins élevée et adéquate de la résine, pour laisser le temps à celle-ci de « s'équilibrer » dans la pièce. Il conseille de prendre une température de cuisson de préférence faible et en plus un poudrage sur renfort. Ces deux paramètres favorisent le maintien du niveau de vide et la compacité de la préforme dans toute la cavité, éliminent les amas de résine et l'effet de gauchissement après refroidissement de la pièce. Il est donc important d'avoir un niveau de vide poussé et de le maintenir durant le processus entier (infusion et cuisson) pour prétendre avoir une meilleure qualité, diminuer les variations d'épaisseur et augmenter la fraction volumique en fibres tout au long de la pièce.

Au bilan, les paramètres procédés ont des influences sur les propriétés morphologiques. Ces influences se font à travers le processus d'écoulement de la résine, la formation mécanique et thermodynamique des porosités, ainsi que sur les variations de taux de fibres et d'épaisseur en fonction du nombre de plis de renfort. La figure 1.18 fait un schéma d'illustration des relations entre les paramètres procédés et les propriétés morphologiques. Regardons à présent les variations que ces paramètres peuvent causer aux propriétés mécaniques des structures infusées.

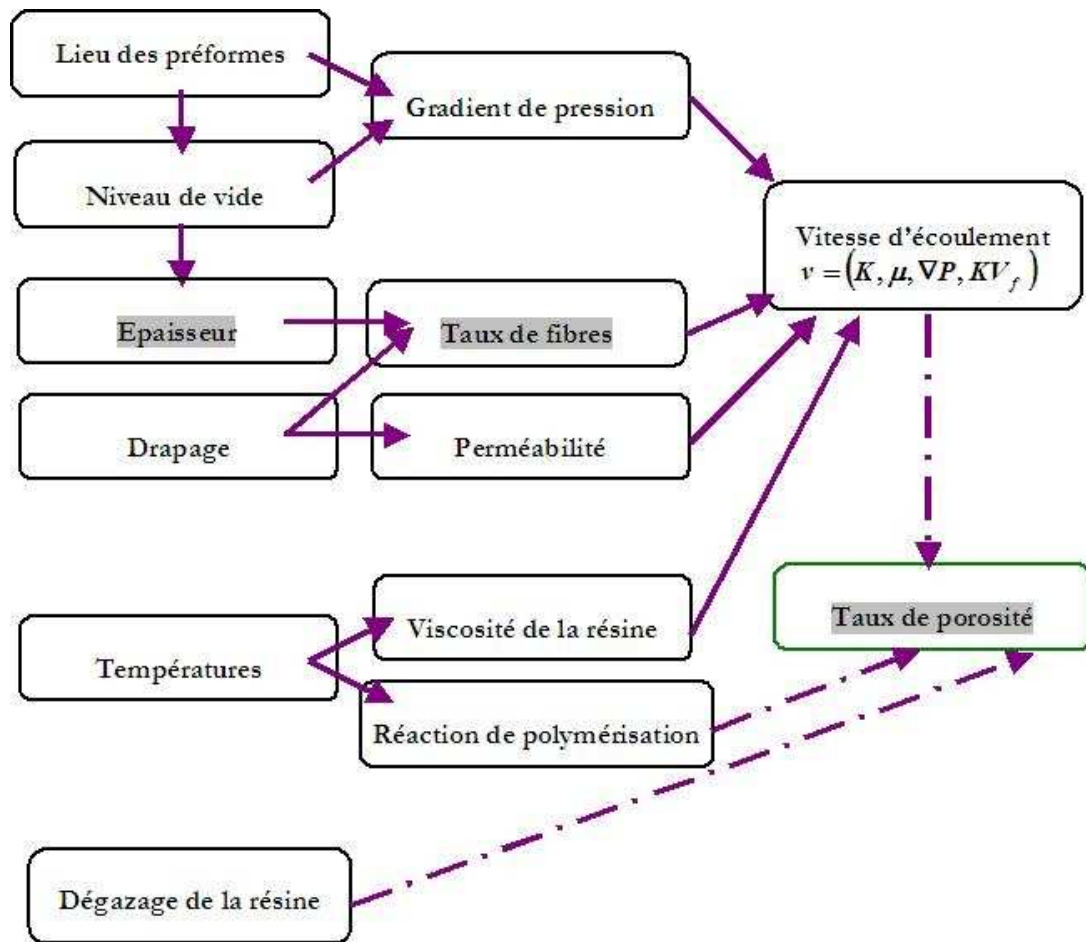


Figure 1.18 : Schéma d'illustration de l'influence probable des paramètres procédés sur les propriétés morphologiques

I.2.3.2 Influence sur les propriétés mécaniques

L'un des développements requis par le secteur de l'aéronautique pour le procédé d'infusion de résine liquide est le contrôle et la reproductibilité des pièces structurales. Pour ce fait, il est nécessaire de passer par une phase approfondie de conception des stratifiés infusés afin de prévoir leur comportement en traction, compression, cisaillement, tenue à l'impact et après impact par exemple. Les recherches actuelles qui vont dans ce sens sont axées sur : la caractérisation de la microstructure et de la ténacité intra laminaire des pièces infusées [Donadon *et al.*, 2007; Liotier *et al.*, 2010; Mattsson *et al.*, 2007; Wei *et al.*, 2008], l'étude de l'impact des dommages créés au sein de la pièce comme des trous de perçage sur les résultats de caractérisation [Edgren *et al.*, 2004; Langella *et al.*, 2008], ou le développement des modèles numériques permettant de simuler l'imprégnation du renfort en fonction de la forme de la pièce pour prédire un remplissage complet et réduire la

formation des porosités à l'intérieur des composites [Celle *et al.*, 2008; Govignon *et al.*, 2008; Klunker *et al.*, 2008; Lawrence *et al.*, 2009; Lundström, 2000; Trochu *et al.*, 2006; Yenilmez *et al.*, 2008]. Toutefois, il est nécessaire de lier les paramètres procédés identifiés précédemment aux propriétés mécaniques des pièces infusées. Cette liaison permet d'étudier et de quantifier les effets de ces paramètres sur les variations des résultats. Cette démarche de conception est aussi à l'ordre du jour et seulement quelques résultats non exhaustifs ont été répertoriés [Njionhou K. *et al.*, 2009; Njionhou K. *et al.*, 2010; Teemer *et al.*, 2006; Thagard *et al.*, 2004; Thomas *et al.*, 2002; Timms *et al.*, 2008] .

Les paramètres identifiés dans la littérature pouvant créer des variations des caractéristiques mécaniques des composites obtenus par les procédés d'infusion sont :

- ✓ *Le niveau de vide atteint dans la cavité du moule*
- ✓ *La présence et/ou le nombre de tissus drainants la résine le long de la surface de la pièce*
- ✓ *Le nombre de plis de renfort*
- ✓ *Le type de renfort*
- ✓ *Le poudrage sur couches successives de renfort*
- ✓ *La localisation et le nombre des points d'injection de résine et de prise de vide*
- ✓ *Les températures*

Le taux de fibres et de porosités sont aussi énoncés comme des paramètres résultats pouvant générer des variations de tenue mécanique.

Teemer [Teemer *et al.*, 2006] et Thagard [Thagard *et al.*, 2004] ont étudié les effets des paramètres procédés sur les propriétés en traction à savoir la résistance à rupture et le module élastique des composites fabriqués par infusion de résine entre deux moules flexibles (*RIDFT*). Thomas [Thomas *et al.*, 2002] et Timms [Timms *et al.*, 2008] se sont intéressés à l'infusion de résine sous membrane (*VARTM*) en déterminant la résistance à rupture en traction et en compression des stratifiés infusés.

Tous ces auteurs préconisent la nécessité de prise maximum et de maintien du vide dans toute la cavité durant le processus d'infusion et de cuisson. D'après eux, le montage peut comporter plusieurs points de prise de vide ou d'injection de résine. Comme détaillé dans la partie précédente (1.3.3.1), cette prise maximum de vide suivie de son maintien dans la cavité permet de minimiser l'apparition des bulles (micros et macros porosités) et la variation d'épaisseur. Cela s'accompagne en plus d'un taux de fibres amélioré.

Ces auteurs suggèrent d'avoir un niveau de vide poussé pour des meilleures propriétés en traction et en compression. Ces caractéristiques élevées sont aussi obtenues lorsque le niveau de vide poussé est en interaction avec soit le nombre de plis du renfort et le nombre de tissu drainant utilisé, soit le poudrage sur couches de renfort. Thagard trouve qu'un poudrage élevé ou un nombre de plis élevé étudié chacun de manière unique crée une augmentation de la résistance à rupture en traction et du module élastique du matériau. L'étude de l'interaction de ces deux paramètres lui montre que la résistance à rupture en traction est élevée lorsque chacun d'eux est à un niveau de variation différent de l'autre. Cela veut dire qu'un paramètre est à son niveau bas tandis que l'autre est à son niveau haut, et inversement.

Thomas lui identifie l'effet positif du poudrage élevée sur la résistance à rupture en compression. Par contre, il trouve une diminution des propriétés en compression avec l'augmentation des températures de différents stratifiés de fibres de carbone de type T-300 infusés sèches ou mouillées (figure 1.19). Il retrouve la même diminution avec la présence des porosités dans ces stratifiés. Ces résultats vont dans le sens de l'expansion des porosités avec l'augmentation de la température qui fragilise ainsi la tenue mécanique des pièces d'où la diminution de la résistance en compression. Timms [Timms *et al.*, 2008] a trouvé la nature de la préforme, le niveau et le cycle de vide comme paramètres prédominants de cause de variation des propriétés à rupture en traction et en compression. Il montre que l'augmentation du nombre de cycle de vide et son maintien final pendant la fabrication crée une croissance générale mais différente des résistances en fonction de la nature de la préforme infusée, pour les quatre types de renfort qu'il a testé [Timms *et al.*, 2008].

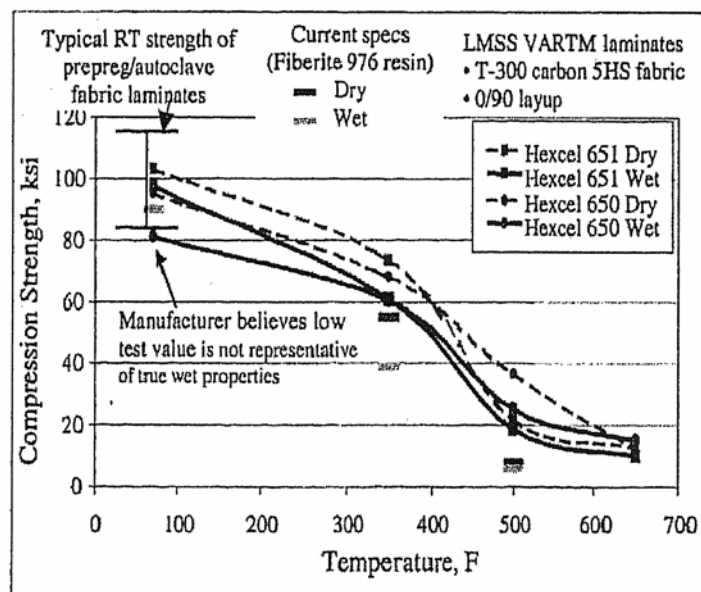


Figure 1.19 : Variation de la résistance en compression en fonction de la température [Thomas *et al.*, 2002]

L'ensemble de ces résultats (figure 1.20) ne sont que des premières estimations sur l'étude des influences des paramètres procédés sur les performances mécaniques des stratifiés infusés. Leur exploration reste en cours. Cette revue des résultats trouvés jusqu'à présent nous permet de faire une synthèse des paramètres procédés à utiliser dans ce travail.

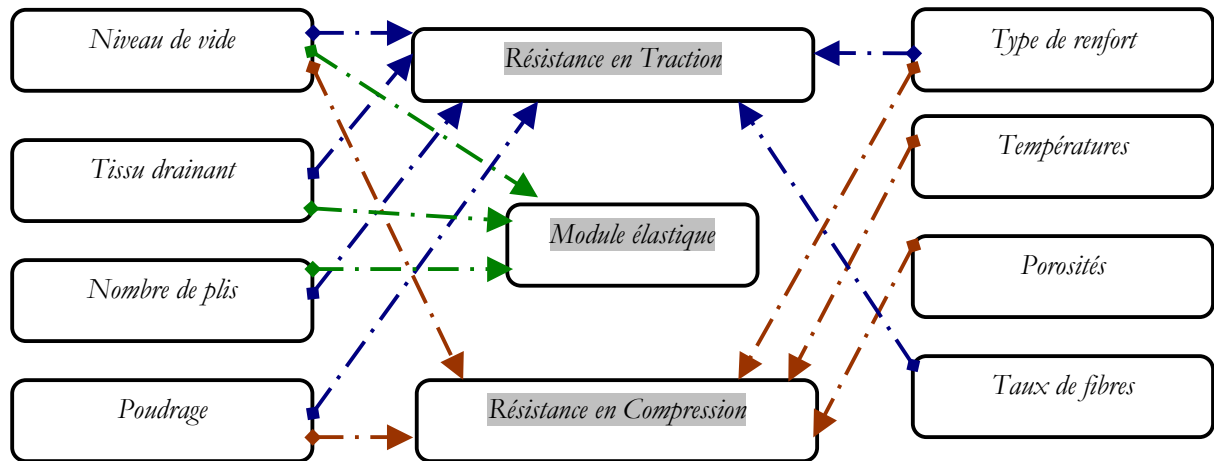


Figure 1.20 : Schéma d'illustration de l'influence probable des paramètres procédés sur les propriétés mécaniques

I.2.4 Synthèse : Paramètres procédés à étudier

Les recherches concernant l'influence des paramètres procédés sur les propriétés morphologiques et mécaniques faites dans les paragraphes précédents ont permis de faire une synthèse de ceux qui seront pris en compte dans cette étude. Cette synthèse est faite en fonction de leur groupe de classement.

a)- La présence du poudrage sur le renfort, l'architecture de la préforme (plis UD ou tissus, tricotés, renforts transverses en cloutage, piquage ou couture) et la stratification du renfort ont été identifiés comme paramètres procédés du groupe « *la nature de la préforme* ».

Le taux et/ou le type de poudre influencent l'écoulement et la polymérisation de la résine. Ils contribuent à la qualité du matériau et ont des effets sur les propriétés du composite en particulier en traction et en compression. Pour cette étude, la poudre contenue sur les plis de la préforme est intrinsèque au renfort fourni³. Ce paramètre ne sera donc pas pris en compte.

³ Les explications sur le type de renfort utilisé sont données en annexe I.

En outre, la « *couture* » comme renforcement transverse fera partie des paramètres de l'étude. Les études sur les procédés par voie liquide ont montré que la couture modifie les conditions d'écoulement et joue un rôle dans la formation des porosités. Elle peut donc modifier la qualité et les propriétés mécaniques des composites. Elle influence la capacité du composite à résister au délaminage et limite l'étendue des dommages créés dans une structure par impact basse énergie et basse vitesse [Berthet *et al.*, 1998; Dransfield *et al.*, 1994; Han *et al.*, 2003]. La couture contribue au renforcement de la structure et à la conservation d'une plus grande fraction des propriétés mécaniques du matériau non chargé. Les préformes structurelles pour la fabrication des composites infusés dans cette étude seront, en fonction des conditions choisies, soit « *avec ou sans* » couture afin de faire la comparaison de leurs propriétés.

Le nombre de couches de renfort dans l'empilement de la préforme a des effets sur la fraction volumique de fibres du matériau via l'épaisseur de la structure fabriquée. Ce nombre de couches est un paramètre d'influence important car ses effets sur les propriétés en traction de la structure composite sont soit directs, soit par interaction avec d'autres paramètres comme le nombre de couches de drainant. Le nombre de couches de renfort aura deux niveaux de variation dans l'étude, un niveau bas et un niveau élevé.

b)- Le second groupe de paramètres procédés regroupe le niveau de vide, le lieu de la préforme pendant l'infusion et le nombre de tissus drainants. C'est la *configuration du procédé*.

Le niveau de vide a été décelé comme un paramètre primordial pour l'obtention d'une meilleure qualité des matériaux tant en santé matière qu'en performances mécaniques. A l'aide des expériences de fabrication de stratifiés infusés, l'on a pu constater qu'un niveau de vide poussé dépend de l'étanchéité obtenue dans la cavité au cours du processus. Ce niveau n'est pas imposable et varie en fonction des opérations manuelles de montage. Pour ces raisons, le « *niveau de vide* » sera un paramètre de variation dans cette étude. Mais, ces valeurs d'analyse seront celles mesurées durant chaque infusion.

La position de la préforme structurelle au cours de la mise en œuvre a aussi été trouvée comme un facteur de variabilité des propriétés des composites. En effet, le champ des vitesses d'écoulement de la résine dans le moule dépend de cette position par rapport aux points et au nombre d'entrée et de sortie de résine. La variation de ce champ peut engendrer la formation de porosités en nombre et/ou en tailles dans le composite. Elle influence par conséquent la santé matière. Elle a des effets sur la fraction volumique en fibres, en porosités et sur l'épaisseur. Dans notre cas, le nombre de point d'entrée et de sortie ainsi que le type d'injection de résine seront fixes.

Deux points périphériques seront utilisés. L'un est l'entrée de résine et l'autre le point d'aspiration de vide de la cavité vers la pompe à vide⁴. La variable binaire « *côté vide ou côté injection* » sera l'un des paramètres de ce groupe. Pour ce fait, deux structures composites issues de préformes placées l'une proche de l'injection de résine et l'autre du côté du point d'aspiration du vide vers la pompe seront considérées.

Le *tissu drainant* est un paramètre caractéristique de l'écoulement dans l'infusion de résine liquide. Le nombre de tissus drainants a une influence sur les propriétés du stratifié infusé soit de manière unique, soit par interaction avec le nombre de couches de fibres de renfort. Leurs épaisseurs sont responsables de la vitesse de remplissage du moule. L'identification de ce paramètre comme facteur d'effets est récente. Son intégration dans l'analyse permettra de mieux maîtriser ses conséquences. D'une configuration de fabrication des stratifiés à une autre dans l'étude, il sera utilisé *un ou deux* tissus drainants. De cette façon, la perméabilité prendra également deux niveaux.

c)- La *température du moule* et la *température d'injection* de résine ont une influence sur la viscosité de la résine et donc sur sa vitesse d'écoulement à travers la préforme. La *température de réticulation ou de cuisson* de résine provoque une variation d'épaisseur de stratifié, de sa fraction volumique de fibres et de sa température de transition vitreuse. Toutes ces *températures du procédé* influencent le niveau de cuisson atteint. Elles ont a priori des conséquences directes ou couplées au niveau de vide obtenu, sur l'apparition et la formation des porosités dans un stratifié infusé ainsi que sur sa résistance en compression. Ces paramètres sont inclus dans l'étude en faisant varier leurs valeurs, d'un niveau bas à un niveau élevé.

d)- Les paramètres procédés présentés ci-dessus constituent la liste de ceux qui seront pris en compte pour l'analyse de leurs effets sur les propriétés des stratifiés infusés dans le cadre de cette étude. Chacun d'eux a deux niveaux de variation, un niveau élevé et un niveau bas qui seront présentés lors de la description de la méthode de fabrication des stratifiés infusés.

- ✓ *le nombre de couches de renfort*
- ✓ *la couture*
- ✓ *le niveau de vide*
- ✓ *le côté de la plaque : côté injection de résine ou côté aspiration de vide*
- ✓ *le nombre de tissu drainant*
- ✓ *la température du moule*
- ✓ *la température d'injection de résine*
- ✓ *la température de cuisson de résine*

⁴ Les détails supplémentaires seront donnés au chapitre II.

✓ *l'interaction entre le nombre de couches de renfort et le nombre de couches de tissu drainant*

Les paramètres procédés mis en exergues dans le cadre de cette étude se trouvent au nombre de neuf (9). La recherche de leur incidence sur les caractéristiques des stratifiés fabriqués par infusion de résine liquide est nécessaire. Il est en outre important de connaître au préalable les types de caractérisations et leur mode, ainsi que les comportements à étudier réellement. Cette étude de caractérisation sera faite au chapitre II. Avant cela, regardons au préalable les types de renforcements transversaux possibles des stratifiés et en particulier les types de couture.

I.3 ETUDE DES RENFORCEMENTS HORS PLAN DES STRATIFIES

Cette partie portera exclusivement sur les stratifiés renforcés de fibres dans le sens transverse (direction de l'épaisseur) appelés composites renforcés TTR pour « *Through Thickness Reinforcement* ». Ils sont différents des composites 3D (tissus 3D, tricots...), car en général, les renforts dans la 3^{ème} direction est rajouté après la stratification. Ainsi, les composites TTR ont des taux de fibres dans la direction de l'épaisseur très faible ($V_f < 5\%$). Il existe plusieurs techniques de renforcements structuraux transversaux. Les plus connues sont le cloutage ou « *Z-pinning* » et le piquage ou la couture (*stitching* en anglais). Ces techniques sont répertoriées et classées en détails par certain auteurs [Dransfield *et al.*, 1994; Mouritz, 2007; Mouritz *et al.*, 1999; Wei *et al.*, 2008]. Dans les lignes qui suivent, une présentation brève de ces types de renforcements des stratifiés dans l'épaisseur est proposée.

I.3.1 Renforcement par cloutage ou « *z-pinning* »

Le renforcement par la technique de cloutage se fait par introduction d'un élément rigide, un clou par exemple dans l'épaisseur d'une préforme qui est généralement un stratifié de pré-imprégné.

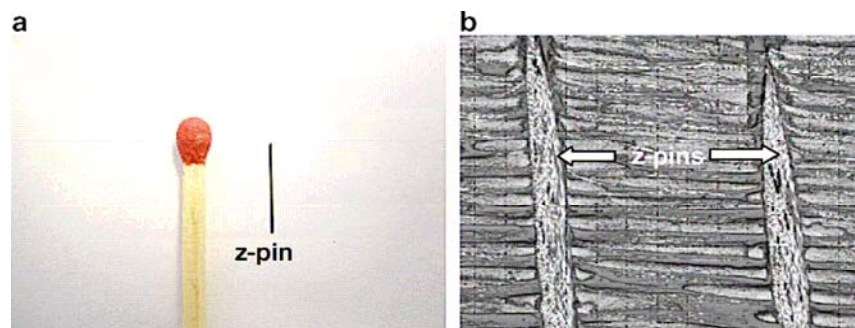


Figure 1.21 : (a) Image de la taille typique d'un clou et (b) des clous dans un composite pré-imprégné [Mouritz, 2007]

Le cloutage peut être utilisé comme renfort structural transverse ou pour réaliser des assemblages. Trois techniques de cloutage ont été développées au cours du temps :

✓ *L'insertion des clous par pression* est l'une des premières techniques développées au cours des années 90 [Freitas *et al.*, 1992]. Elle utilise la pression pour introduire les clous dans la préforme avant la cuisson du stratifié. Le dispositif de fabrication des stratifiés renforcés transversalement est semblable à celui de l'infusion de film de résine dans le sens où il y a utilisation d'une bâche à vide. Sur cette bâche à vide s'applique une pression d'introduction des clous et de cuisson du stratifié avec montée en température (figure 1.22). Les clous sont préalablement disposés dans un support en mousse en fonction de la géométrie désirée de renforcement. La mousse est utilisée pour assurer un même espacement entre les clous et leur fournir un support latéral lors de leur insertion. Le support comportant les clous est posé sur la préforme à renforcer de telle sorte que les clous s'introduisent perpendiculairement au plan de la pièce composite sous l'effet d'une pression extérieure. Après cuisson, la bâche et le support en mousse déformée en surface du stratifié sont retirés et un stratifié cloué est ainsi obtenu.

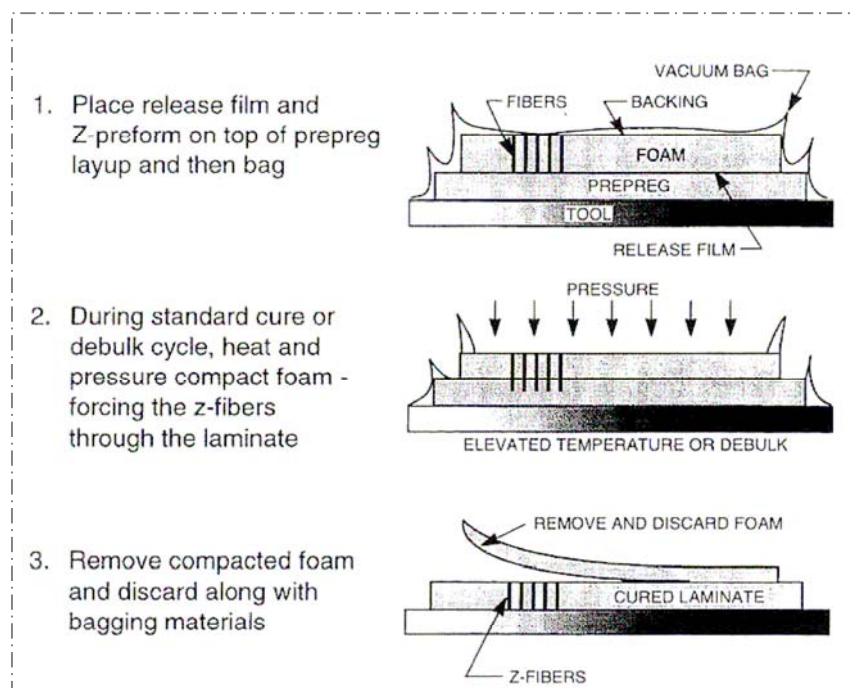


Figure 1.22 : Procédé de cloutage par pression [Freitas *et al.*, 1992]

✓ *L'insertion des clous à l'aide d'un marteau à ultrasons.* Dans cette technologie, un marteau à ultrasons exerce directement une pression sur un support en mousse qui contient des clous de renforcement (z-pins). Ce marteau peut être utilisé en mode manuel par un opérateur qualifié ou contrôlé par un système automatisé. Le support en mousse ici est légèrement différent par rapport à celui de l'insertion des clous avec pression. Il possède deux parties de densités différentes. La partie supérieure plus dense que l'autre, permet de mieux distribuer les efforts du marteau. Les différentes étapes de ce processus sont présentées à la figure 1.23. Les clous sont insérés progressivement par déplacement du marteau à ultrasons sur le support de mousse à plusieurs reprises jusqu'à ce que tous les clous aient pénétrés dans la préforme. Après leur insertion, le support en mousse est retiré et les parties du clou qui dépassent la préforme sont coupés pour assurer une finition de surface lisse. Après le cloutage de la préforme, le stratifié peut être obtenu après injection et cuisson selon un procédé de mise œuvre choisi. Cette technologie est la plus utilisée en cloutage [Mouritz, 2007].

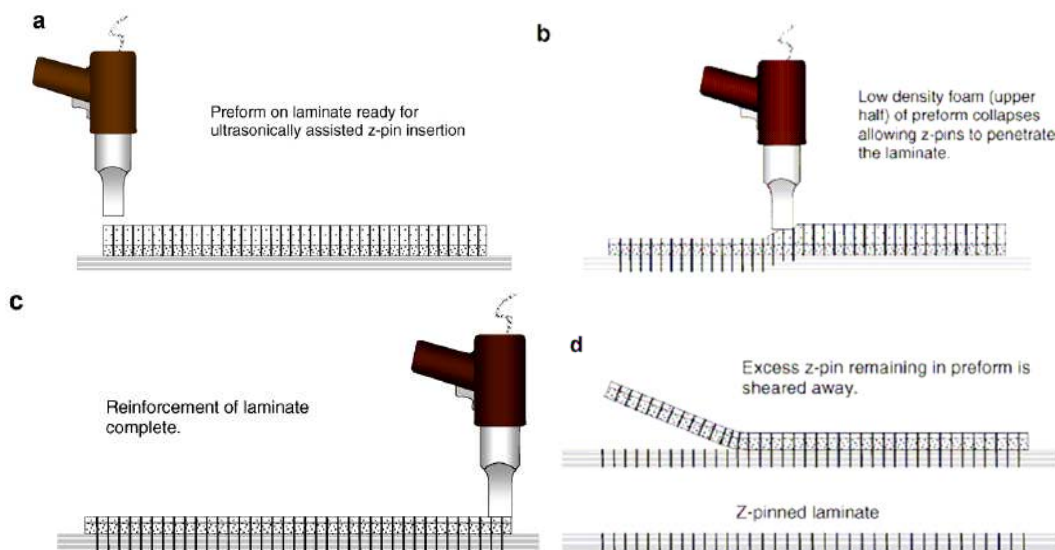


Figure 1.23 : Procédé de cloutage avec marteau à ultrasons [Mouritz, 2007]

✓ *L'insertion des clous à l'aide d'aiguille creuse* est une technologie en voie de développement chez EADS Innovation Works [Toral, 2009]. Elle consiste à introduire les clous à l'aide d'une aiguille vibrante creuse (figure 1.24). L'aiguille qui comporte le clou dans sa cavité creuse pénètre dans le stratifié jusqu'à la profondeur désirée. L'aiguille se retire ensuite laissant le clou dans le stratifié à l'aide d'un mécanisme de rétention. Cette technique est efficace mais orientée plus vers la fabrication d'assemblages que pour le renfort de plaques stratifiées.

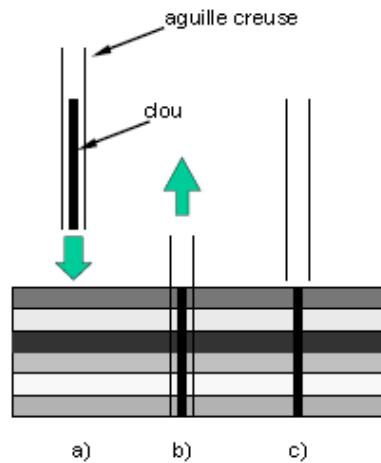


Figure 1.24 : Procédé de cloutage avec une aiguille creuse [Toral, 2009]

Le renforcement transversal par le processus de cloutage a l'avantage qu'il offre l'accès à une face unique de la préforme. Cependant, des précautions sont à prendre en compte pour assurer le contrôle de la qualité du renforcement : la disposition préalable des clous et/ou leur insertion précise dans la direction orthogonale au plan du stratifié. En plus, la plupart des renforts utilisés pour ce type de renforcement transversale sont les pré-imprégnés. Cette technique est encore peu utilisée avec les procédés tels que l'infusion de résine liquide. On constate par ailleurs une certaine désaffection de cette technologie à cause du caractère trop intrusif des clous.

I.3.2 Renforcement par piquage ou couture

La technique de piquage ou de couture consiste à faire passer des fils continus dans l'épaisseur d'une préforme pour la renforcer. La couture des préformes structurales se fait à l'aide d'une machine à coudre industrielle manuelle et automatisable qui peut être à une aiguille ou à plusieurs aiguilles. Cette machine à coudre doit avoir la capacité d'utiliser des fils de haute résistance en traction (verre, carbone ou Kevlar) et la spécificité d'avoir une(des) aiguille(s) de longue course et un jeu important entre la serrure d'alimentation et le crabot (figure 1.25). Le fil de Kevlar est le fil le plus utilisé en raison de sa haute résistance et de sa flexibilité [Mouritz *et al.*, 1999] contrairement aux fibres de verre et de carbone qui sont plus fragiles.

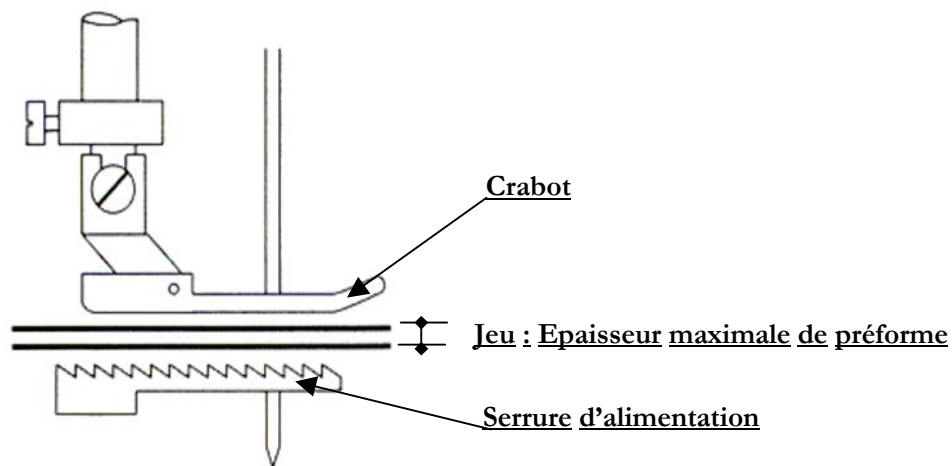


Figure 1.25 : Illustration d'une machine à coudre [Dransfield et al., 1994]

Plusieurs modes de couture existent en fonction de la manière dont les fils sont imbriqués à travers l'épaisseur de la préforme [Dransfield et al., 1994; Mouritz et al., 2000]. Le nœud qui se forme entre le fil supérieur venant de l'aiguille et celui inférieur venant de la bobine de la serrure d'alimentation peut être à l'intérieur, ou sur une surface de la préforme après la couture. On distingue donc trois modes de couture différents :

- ✓ La couture en point noué ou « lock stitch » est celle dont le nœud d'imbrication des fils est à l'intérieur de la préforme (figure 1.26). Cette technique est simple mais présente l'inconvénient d'un désalignement important des fibres des plis au niveau du nœud situé à l'intérieur du drapage.

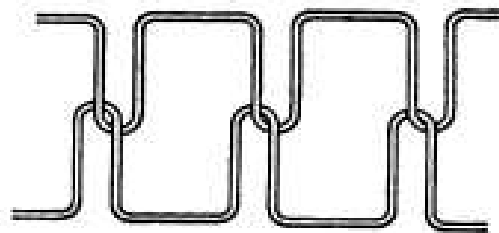


Figure 1.26 : Schéma d'une couture en point noué [Mouritz et al., 2000]

- ✓ La couture en point noué modifié ou « modified lock stitch » est une modification de la couture en point noué. Dans ce cas, le nœud qui lie les deux fils de couture (fil d'aiguille et fil de bobine) est situé à la surface de la préforme cousue (figure 1.27). De cette façon, le problème de désalignement des fibres des plis est diminué. Cette technique est la plus

utilisée pour le renforcement par couture des stratifiés car elle minimise la distorsion des fibres dans le plan qui est un facteur de variation des propriétés mécaniques des composites.

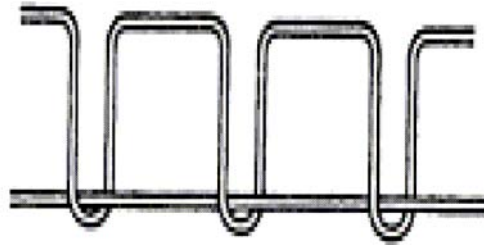


Figure 1.27 : Schéma d'une couture en point noué modifié [Mouritz et al., 2000]

✓ La couture en point de chaînette ou « chain stitch » utilise un seul fil qui s'imbrique avec le piquage précédent (figure 1.28). Son avantage est lié à l'utilisation d'un seul fil. Il est bénéfique en terme de temps de manœuvre pour le rembobinage et le renfilage. Néanmoins, la technique est très complexe.

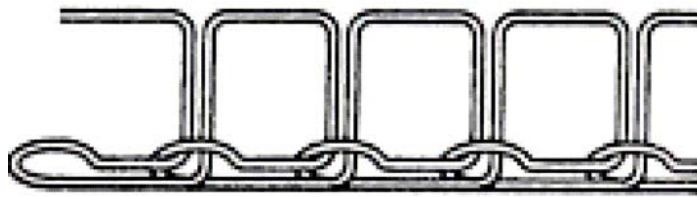


Figure 1.28 : Schéma d'une couture en chaînette [Mouritz et al., 2000]

La couture peut être aussi utilisé pour l'assemblage automatique des pièces de grandes surfaces. En ce qui concerne l'utilisation du mode de couture en point noué modifié en particulier pour les assemblages, les pièces doivent avoir des surfaces coplanaires de manière à pouvoir introduire la fil de couture perpendiculairement en traversant les deux pièces à lier (figure 1.29).

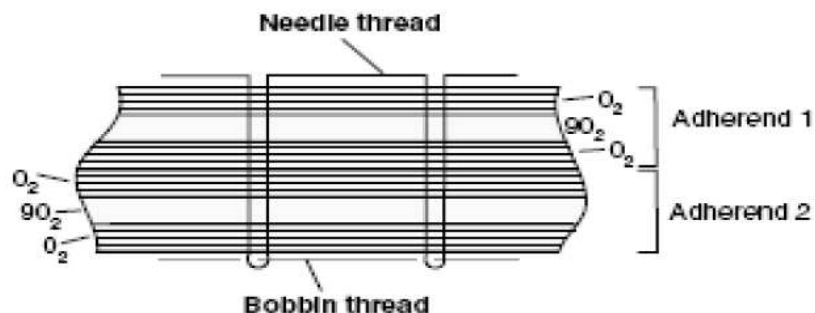


Figure 1.29 : Coupe transversale d'une liaison avec couture en point noué modifié [Toral, 2009]

Tous ces modes de couture nécessitent l'introduction d'un fil double à travers le stratifié. Le processus en lui-même génère des perturbations au niveau des fibres des plis dans le plan. Le renforcement transversal par couture peut être fait sur les pré-imprégnés ou sur n'importe quel type de préforme sèche. Les pré-imprégnés s'avèrent difficiles à coudre à cause de la présence de la résine. C'est pourquoi il est préférable de coudre les préformes sèches pour éviter les dégâts majeurs des fibres (désalignement, distorsion, dommage ...) qui sont créés durant le processus par la viscosité élevée de la résine dans les pré-imprégnés [Dransfield *et al.*, 1994; Mouritz *et al.*, 1999; Mouritz *et al.*, 2000; Toral, 2009]. Le renforcement transversal par couture a les avantages suivants :

- ✓ *Être peu coûteux et simple à réaliser*
- ✓ *Améliorer la manipulation des préformes (drapage facile et risque de déplacement des plis diminué)*
- ✓ *Améliorer a priori les propriétés à l'impact et après impact*

I.3.3 Conclusion sur l'étude des renforcements transversaux

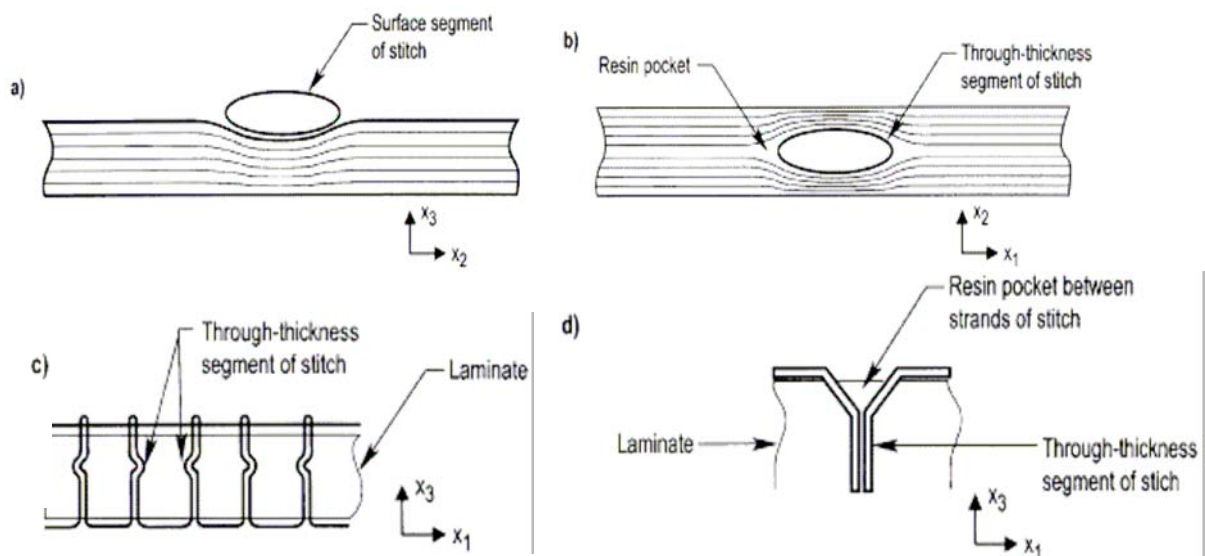
L'amélioration de la résistance aux dommages et des propriétés mécaniques après impact ont été les principales raisons de l'essor des recherches sur les composites renforcés dans l'épaisseur par cloutage et par couture. La plupart des travaux de recherche et ceux en particulier liés à la couture ont eu pour but de déterminer l'effet des paramètres du renfort transverse (type, densité et/ou diamètre du fil, densité et/ou mode de couture, etc....) et des micro mécanismes de rupture des composites (délaminage, arrachage de fibres, etc.....) sur leurs propriétés dans le plan, à l'impact et après impact [Bibo *et al.*, 1996; Dransfield *et al.*, 1994; Mouritz, 2007; Mouritz *et al.*, 1999; Mouritz *et al.*, 1997].

La couture a le potentiel d'être utilisée tant pour le renforcement que pour l'assemblage des stratifiés. Les structures renforcées ou assemblées par couture ont été réalisées afin de démontrer à l'industrie aéronautique que la couture est une alternative viable par rapport aux méthodes traditionnelles (collage ou rivetage). Cependant, un certain nombre de difficultés scientifiques et techniques doivent encore être résolues telles que :

- ✓ *La conception des machines à coudre plus performantes que celles actuelles.* En effet, elles sont limitées à un plan de couture vertical dans lequel le point est inséré dans une direction normale à la surface du stratifié. La couture des formes courbes est encore peu possible.

- ✓ La capacité de coudre des larges structures épaisses et complexes. Les dimensions du composite cousu est limitée par la largeur et la performance de la machine.
- ✓ L'effet des paramètres de couture sur les propriétés courantes des composites n'a pas encore été entièrement caractérisé, en particulier la fatigue et les effets environnementaux.

Les coutures sont en cours d'évaluation pour la fabrication des structures aéronautiques. Mais compte tenu des différentes distorsions qu'elles peuvent causer dans un stratifié (figure 1.30 : sur les fibres du plan en surface ou autour de la couture dans le stratifié ; à travers l'épaisseur sur les fils de couture ; ou encore la formation des poches de résine), il est important de faire une combinaison optimale de ses paramètres intrinsèques (déjà étudiés par bon nombre d'auteurs) aux paramètres liés aux procédés de fabrication des composites. Cette combinaison a pour but de maximiser les performances des stratifiés fabriqués. C'est pour cette raison que dans cette étude, le comportement des stratifiés infusés cousus ou non par point noué modifié sera analysé.



“(a) Out-of-plane depression of in-plane fibers at surface of laminate; (b) Out-of-plane deflection of in-plane fibers around a stitch in the interior of the laminate; (c) Crimping of through-thickness segments of stitches; (d) Resin pocket formed when two strands of a through-thickness segment separate under stitching tension. The direction x_3 is the through-thickness direction, x_1 the in-plane direction along which the rows of stitches lie, and x_2 the other in-plane direction.”

Figure 1.30 : Schéma des distorsions possibles causées par la couture [Mouritz et al., 2000]

La partie qui suit présente la méthode d'analyse des résultats de caractérisation des stratifiés infusés par la définition des différents types de plans d'expériences et le choix et la méthode du plan approprié.

I.4 METHODE D'ANALYSE STATISTIQUE PAR LES PLANS D'EXPERIENCES

Rappelons l'objectif de ce travail qui est la recherche des liens qui existent entre une **grandeur d'intérêt Y (ou réponse)** et les **variables X_i (ou facteurs)**. Ce travail s'intéresse donc à une fonction du type de l'équation 1.9 et nous conduit directement aux plans d'expériences pour permettre d'organiser au mieux les expériences et les essais de caractérisation avec sûreté et précision.

$$Y = f(X_i)_{i=1 \text{ à } n} \quad (1.9)$$

La méthode des plans d'expériences vise à organiser de façon économique et rationnelle une expérience dépendant de plusieurs paramètres. Cette méthode permet d'assurer la qualité des résultats de l'expérience tout en apportant le maximum de renseignements pour un minimum d'expériences à réaliser. Les plans d'expériences ont d'abord été utilisés en agronomie et peu à peu dans d'autres domaines techniques tels que la qualité dans le développement industriel et la fabrication, en informatique lors de la simulation sur ordinateur, en chimie analytique et dans des domaines plus vastes pour découvrir les facteurs influents sur le résultat d'une méthode d'analyse, pour améliorer les essais circulaires et pour détecter des erreurs systématiques [Goupy, 1997; Sabre, 2007].

Les facteurs dans ce cas d'étude sont les 9 paramètres procédés identifiés précédemment⁵ et les réponses sont les résultats de caractérisation. On appellera **niveau d'un facteur** les différentes valeurs que ce facteur peut prendre dans le plan d'expériences. L'objectif est de rechercher la combinaison des paramètres procédés d'entrée qui donne systématiquement le meilleur résultat de caractérisation en sortie. En d'autre terme, il s'agit de trouver le meilleur modèle associé à un résultat. Plusieurs types de plans d'expériences existent. Ils sont classés en fonction du type de facteurs qu'ils peuvent contenir et du degré de modélisation. Il est donc question de choisir dans un premier temps le type de plan adéquat pour l'étude en fonction des spécifications recherchées, de décrire son principe fondamental et la méthodologie générale d'analyse statistique des résultats.

⁵ Voir paragraphe de synthèse des paramètres à étudier

I.4.1 Classification des plans d'expériences

Il existe des facteurs à grandeurs continues et les facteurs à grandeurs discrètes. Les facteurs continus tels que les températures, la pression, ... peuvent prendre des niveaux haut ou bas tandis que pour les facteurs discrets comme les odeurs ou les couleurs par exemple, le niveau prend des valeurs discrètes. Au cours d'une expérimentation, ces différents types de facteurs peuvent être présents simultanément. Ces plans sont classés en groupes principaux [Goupy, 1997] :

- ✓ *Les plans factoriels* sont applicables à tous les types de facteur sans distinction. Ils sont basés sur des modèles mathématiques du premier degré. Les plans factoriels permettent de déterminer une équation linéaire de k facteurs à deux niveaux de variation et de leurs interactions. Les plans factoriels se notent généralement 2^k . Avec un plan factoriel de 2 facteurs, on a alors 2^2 soit 4 expériences à réaliser. Ces plans sont divisés en deux catégories : les *plans factoriels complets* dont les facteurs ne dépassent généralement pas 4 à cause du nombre énormes d'essais à réaliser, et les *plans factoriels fractionnaires* qui viennent renforcer les plans complets en permettant l'utilisation d'un grand nombre de facteurs pour un minimum d'essais. Ainsi, les plans factoriels fractionnaires se notent 2^{k-p} avec en plus des k facteurs à étudier p autres facteurs supplémentaires possibles. Les plans factoriels fractionnaires sont les plans employés dans la majorité des cas pour la plupart des besoins d'expérimentations.
- ✓ *Les autres plans à deux niveaux*. Ce sont des plans factoriels simplifiés basés également sur des modèles mathématiques du premier degré pour répondre à des situations particulières. *Les plans de Rechtschaffner* par exemple procèdent par la recherche et l'acceptation d'un modèle mathématique simple tandis que *les plans de Plackett et Burman* ainsi que les *plans sursaturés* se basent sur la sélection rapide de quelques facteurs influents parmi un grand nombre de facteurs. La *méthode de Taguchi* est un plan fractionnaire simplifié dont les tableaux de matrice d'expériences sont prédéfinis. Il s'agit des **tables de Taguchi**. Les détails sur la composition de ces tables sont donnés au paragraphe 1.5.2.
- ✓ *Les plans du second degré*. Ils sont consacrés aux facteurs continus prenant plus de deux niveaux et dont l'interprétation est basée sur des modèles du second degré. On peut citer quelques exemples tels que *les plans composites* dont les facteurs comportent cinq (5) niveaux de variation et *les plans de Doehlert* qui sont utilisables pour un nombre quelconque de facteurs.

- ✓ *Les plans consacrés aux facteurs discrets* ayant plus de deux niveaux de variation.
- ✓ *Les plans des mélanges* qui sont adaptés aux facteurs avec contraintes tels que les concentrations des constituants d'un mélange. Ils ne s'appliquent qu'aux facteurs continus.

Tous ces groupes de plans d'expériences sont conçus dans le but de répondre à des préoccupations liées à la recherche d'un modèle. Ce modèle met en relation et quantifie les effets des facteurs à plusieurs niveaux de variation sur une grandeur réponse. Lorsque le nombre de facteurs devient élevé, il se pose le problème de trouver la bonne combinaison possible pour atteindre un nombre minimum d'essais à réaliser selon un ordre précis. Ceci est dans le but de minimiser les erreurs. Pour cette raison, la méthode de Taguchi est adoptée pour cette étude.

I.4.2 Plan d'expériences par la méthode de Taguchi

La méthode de Taguchi a pour but de simplifier le protocole expérimental de mesure de la qualité d'un produit afin de mettre en évidence les effets des facteurs sur la réponse. Elle permet, entre autre, d'optimiser la qualité et de réduire le coût des produits fabriqués, tout en minimisant la durée et le prix de leur mise au point. Cette méthode est très clairement détaillée par quelques auteurs dans leurs ouvrages [Alexis *et al.*, 1999 ; Sabre, 2007]. Nous présenterons dans cette partie le principe général de son utilisation pour l'analyse des résultats d'une expérimentation. La méthode de Taguchi est choisie pour détecter les variables pertinentes parmi les 9 paramètres procédés identifiés à la partie 1.3.4 qui pourraient générer les variations de la qualité en terme de caractéristiques des stratifiés infusés.

Les plans d'expériences de Taguchi se distinguent des autres plans par la possibilité de réduire un nombre important d'essais, tout en gardant une bonne précision. De plus, le modèle est placé ici comme un élément clef de la stratégie du plan. Les facteurs et les interactions à étudier sont identifiés, répertoriés et classés au préalable dans le plan selon leur importance et leur difficulté de réalisation. Ainsi, le facteur le plus difficile à réaliser effectue le moins de changements de niveaux possibles. Les facteurs sont alors regroupés par degrés de difficulté de réalisation dans la matrice d'expériences appelée *la table de Taguchi*.

Les tables de Taguchi sont des tables d'expériences orthogonales. On dit qu'une table d'expériences est orthogonale si tous les éléments (facteurs et interactions) de cette table sont orthogonaux. Puisque tous les facteurs sont orthogonaux deux à deux dans une table de Taguchi,

nous pouvons donc choisir parmi les tables préétablies par Taguchi [Alexis *et al.*, 1999] celles qui sont les plus appropriés pour notre étude. En outre, ces tables doivent respecter les conditions de l'équation 1.10 avec :

$$T = k \times \text{PPCM} (n_i \times n_j) \quad (1.10)$$

- ✓ Le nombre total d'essais T du plan qui doit être proportionnel au plus petit commun multiple (PPCM) du produit des niveaux différents des éléments du modèle ($i \neq j$);
- ✓ T doit être supérieur au degré de liberté du domaine⁶ d_M ($T \geq d_M$) ;
- ✓ k est un nombre entier qui doit être supérieur à 1 ($k \geq 1$).

Pour choisir la table de Taguchi qui convient le mieux au problème étudié, il nous est donc nécessaire de remplir ces conditions. Dans notre cas d'étude, il s'agit de 9 paramètres dont 8 ont 2 niveaux de variation ($n_i = n_j = n_{ij} = 2$) et un paramètre, le niveau de vide, dont le niveau de variation n'est pas maîtrisable mais est au moins égale à 2 ($n_{Nv} \geq 2$). Notre modèle a donc un degré de liberté de :

$$d_M \geq 1+1+1+1+1+1+1+1+1 = 9 \Rightarrow d_M \geq 9 \quad (1.11)$$

En plus,

$$\text{PPCM} (n_i \times n_j \times n_{ij}) = 8 \quad (1.12)$$

Donc d'après les conditions énoncées ci-dessus, on aura :

$$T \geq 9, k = 2 \Rightarrow T = 2 \times 8 = 16 \quad (1.13)$$

Les tables de Taguchi à choisir doivent avoir au minimum 16 lignes qui représentent le nombre d'essais à réaliser ($L_{T \geq 16}$) pour la prise en compte des 9 paramètres procédés à 2 niveaux de variation alignés en colonnes (voir pour exemple les tableaux 1.2 et 1.3). En plus, ces tables doivent avoir la possibilité parmi les colonnes préétablies de prendre en compte des interactions. Les tables de Taguchi à 16 lignes minimum avec interactions possibles dont les facteurs ont 2 niveaux de variation sont les suivantes [Lamure, 2007]: $L_{16}(2^{15})$, $L_{32}(2^{31})$ et $L_{64}(2^{63})$. La table $L_{16}(2^{15})$ est retenue pour l'étude d'un nombre de paramètres supérieur ou égal à 8 pour avoir le moins d'essais

⁶ d_M est égal à la somme des degrés de liberté (d_i et d_{ij}) des éléments constituant le modèle.
 $d_i = n_i - 1$ et $d_{ij} = (n_i - 1) \times (n_j - 1)$

expérimentaux à réaliser. Ainsi, les paramètres procédés seront classés en colonne en faisant référence au tableau 1.2 en fonction de leur difficulté de réalisation. Les détails sur ce classement ainsi que les valeurs allouées aux paramètres seront présentés aux chapitres suivants.

Tableau 1.2 :Table de Taguchi $L_{16}(2^{15})$ [Alexis *et al.*, 1999]

essai	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M	N	O
1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
2	1	1	1	1	1	1	1	2	2	2	2	2	2	2	2
3	1	1	1	2	2	2	2	1	1	1	1	2	2	2	2
4	1	1	1	2	2	2	2	2	2	2	2	1	1	1	1
5	1	2	2	1	1	2	2	1	1	2	2	1	1	2	2
6	1	2	2	1	1	2	2	2	2	1	1	2	2	1	1
7	1	2	2	2	2	1	1	1	1	2	2	2	2	1	1
8	1	2	2	2	2	1	1	2	2	1	1	1	1	2	2
9	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2
10	2	1	2	1	2	1	2	2	1	2	1	2	1	2	1
11	2	1	2	2	1	2	1	1	2	1	2	2	1	2	1
12	2	1	2	2	1	2	1	2	1	2	1	1	2	1	2
13	2	2	1	1	2	2	1	1	2	2	1	1	2	2	1
14	2	2	1	1	2	2	1	2	1	1	2	2	1	1	2
15	2	2	1	2	1	1	2	1	2	2	1	2	1	1	2
16	2	2	1	2	1	1	2	2	1	1	2	1	2	2	1

Par contre, nous pouvons déjà avoir les affectations des paramètres aux colonnes telles que :

- ✓ La colonne A \Rightarrow la couture (C_o)
- ✓ La colonne B \Rightarrow le nombre de couches de renfort (N_r)
- ✓ La colonne C \Rightarrow la température d'injection de résine (T_I)
- ✓ La colonne D \Rightarrow l'interaction nombre de couches de renfort et de tissu drainant ($Int_{N_r, Ntd}$)
- ✓ La colonne E \Rightarrow la température du moule (T_M)
- ✓ La colonne F \Rightarrow le nombre de tissu drainant (Ntd)
- ✓ La colonne G \Rightarrow la température de cuisson de résine (T_C)
- ✓ La colonne H \Rightarrow le côté de la plaque (C_p)

Lorsque l'analyse porte sur moins de 7 paramètres comme cela sera le cas au chapitre IV, c'est la table $L_8(2^7)$ qui sera prise en compte selon le même respect des critères de choix des tables. Nous aurons alors les attributions des paramètres aux colonnes du tableau 1.3 telles que :

- ✓ La colonne A \Rightarrow la couture (C_o)
- ✓ La colonne B \Rightarrow la température de cuisson de résine (T_C)
- ✓ La colonne C \Rightarrow le nombre de tissu drainant (Ntd)
- ✓ La colonne D \Rightarrow le côté de la plaque (C_p)

Tableau 1.3 : Table de Taguchi $L_8(2^7)$ [Alexis *et al.*, 1999]

essai	A	B	C	D	E	F	G
1	1	1	1	1	1	1	1
2	1	1	1	2	2	2	2
3	1	2	2	1	1	2	2
4	1	2	2	2	2	1	1
5	2	1	2	1	2	1	2
6	2	1	2	2	1	2	1
7	2	2	1	1	2	2	1
8	2	2	1	2	1	1	2

Les tables de Taguchi appropriées pour cette étude étant choisies, la procédure d'analyse des résultats obtenus après les expériences est présentée dans le paragraphe qui suit.

I.4.3 Description de la méthode d'analyse statistique des résultats

L'analyse statistique des résultats consiste à déterminer parmi les paramètres procédés d'influence probables ceux qui ont des effets sur les variations des quantités caractérisées. Cette méthode s'appuie soit sur une modélisation sans interactions, soit sur une modélisation avec interactions. Les tables de Taguchi choisies et les paramètres procédés à étudier font intervenir une interaction. La description de la méthode d'analyse statistique des résultats est donc faite selon une modélisation mathématique avec interaction. L'analyse statistique des résultats permet de faire en fonction des grandeurs étudiées une modélisation des données et des calculs des effets des paramètres sur les résultats.

Dans l'expression du modèle écrite précédemment (équation 1.9), il n'a pas été pris en compte les coefficients des facteurs qui décrivent leur influence. Le principe de cette modélisation est le même que celui décrit par Sabre [Sabre, 2007] dans le paragraphe « *modèle avec interactions* ». Il s'agit d'écrire sous la forme d'une expression linéaire le modèle général d'un résultat de caractérisation en fonction des paramètres d'influence probables (équation 1.14).

$$Y = C + a_{C_o} C_o + a_{N_r} N_r + a_{T_I} T_I + a_{Int_{N_r, N_{t_d}}} Int_{N_r, N_{t_d}} + a_{T_M} T_M + a_{N_{t_d}} N_{t_d} + a_{T_C} T_C + a_{C_p} C_p + a_{N_v} N_v \quad (1.14)$$

Les coefficients de l'équation 1.14 sont déterminés par une **régression multilinéaire**. La **probabilité de nullité des coefficients** est également calculée par analyse de la variance. Les détails de cette méthode peuvent être trouvés dans [Sabre, 2007]. Le modèle général est composé de la

constante C du modèle et des coefficients a_i des paramètres procédés à étudier avec i l'indice du paramètre considéré. Ces coefficients quantifient les effets des paramètres qui caractérisent les variations qu'elles causent aux réponses. L'analyse consiste donc à rechercher le **meilleur modèle** du plan d'expérience associé à chaque résultat. Le meilleur modèle est celui dont l'expression du résultat est constituée *uniquement des paramètres dont les effets sont statistiquement significatifs avec des bons coefficients de détermination*. Un paramètre est considéré comme ayant des *effets significatifs* (S) sur le résultat lorsque au cours de **l'analyse de la variance**, sa probabilité de nullité α est inférieure ou égale à 5% ($\alpha \leq 5\%$). Si α est inférieur à 1%, le paramètre a une *influence très significative* (TS) sur le résultat. Son influence est *peu significative* (PS) lorsque sa probabilité est comprise entre 5 et 10% ($5\% < \alpha < 10\%$) et non significative (NS) dans les autres cas. Le schéma de la figure 1.31 illustre les étapes de l'analyse statistique des paramètres influents à travers un algorithme de résolution.

Après les résultats de l'analyse statistique et l'interprétation du meilleur modèle obtenu pour chaque résultat de caractérisation, plusieurs options se présentent pour décrire les effets des paramètres procédés sur les réponses. La description peut se faire soit par présentation de :

- ✓ *L'influence des paramètres procédés de fabrication sur chaque résultat de caractérisation de manière distincte.* Avec cette option, les caractéristiques des stratifiés sont analysés séparément et les résultats de l'analyse statistique sont présentés pour chaque propriété. Par exemple, on pourrait dire « *influence des paramètres procédés sur la résistance à rupture en traction d'un stratifié* ».
- ✓ *L'influence d'un groupe de paramètres procédés sur l'ensemble des résultats de caractérisation.* Ce type de présentation de l'analyse statistique des résultats est faite premièrement par un souci de synthèse de toutes les analyses et les caractérisations faites, mais aussi pour se fier à la réalité industrielle. En effet, on pourrait se poser la question de savoir quelle serait *l'influence des températures du procédé sur un certain nombre de caractérisation donnée* ? C'est donc selon cette forme que les résultats d'analyses statistiques sera présentée dans ce mémoire.

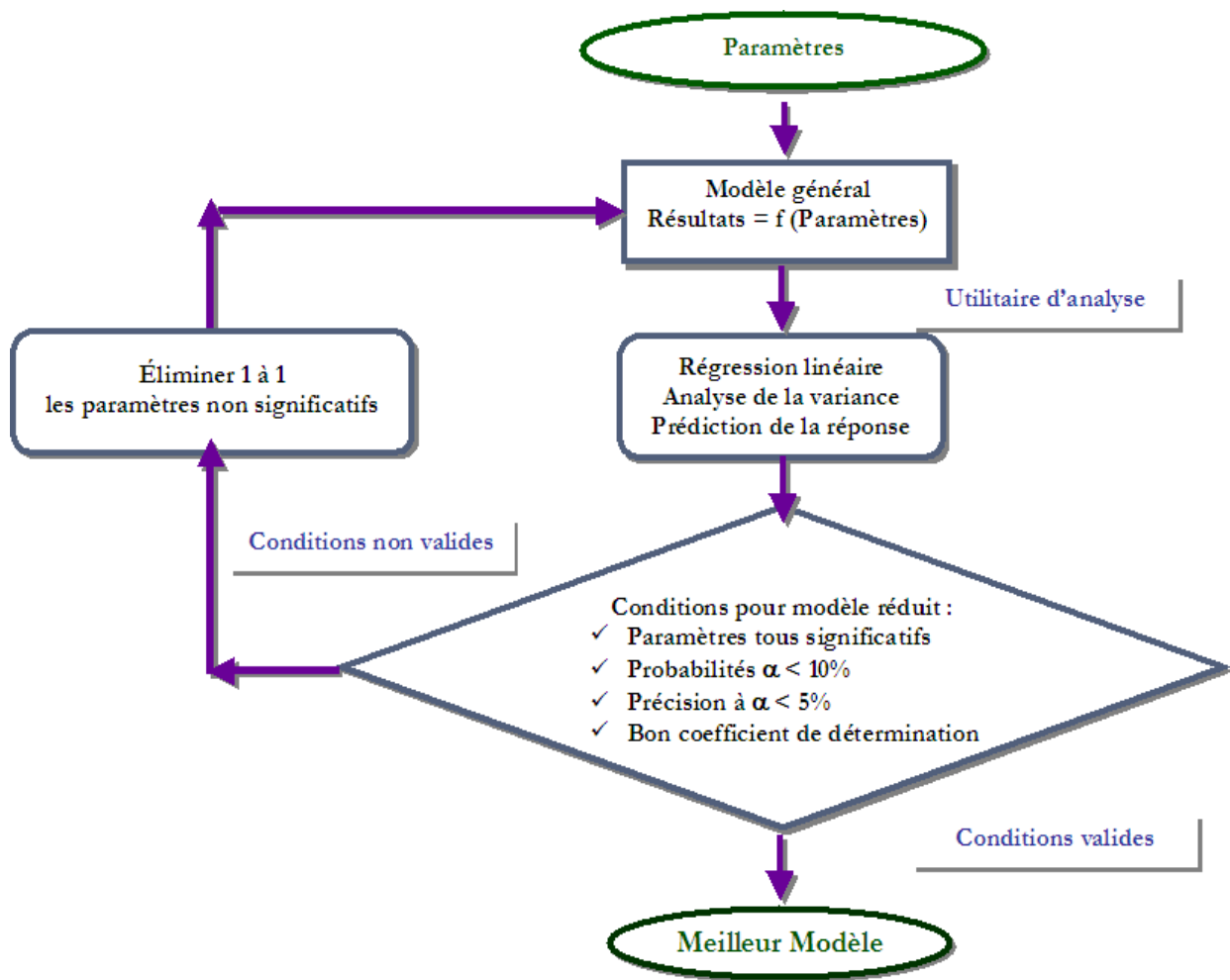


Figure 1.31 : Algorithme de détermination des paramètres procédés statistiquement significatifs

I.5 CONCLUSION ET DEMARCHE DE L'ETUDE

Cette étude bibliographique a présenté dans un premier temps les différents procédés de mise en œuvre des composites à matrices organiques à moule fermé par voie liquide. Les points qui les différencient en terme de principes généraux de fabrication et leurs développements actuels dans l'aéronautique ont été listés. Les problématiques scientifiques relatives au procédé d'infusion de résine liquide (LRI) ont été identifiés. Nous proposons dans cette recherche, une étude ayant pour but d'évaluer l'influence que peuvent avoir les paramètres de fabrication sur la santé matière et les propriétés mécaniques des stratifiés infusés. Les paramètres procédés liés à l'infusion de résine liquide qui ont des influences probables sur les caractéristiques des stratifiés infusés ont été répertoriés. Ils sont au nombre de neuf. Ils ont été classés en trois groupes principaux : *la nature de la préforme, la configuration du procédé et les températures du procédé.*

Le nature de la préforme fait intervenir le type de préforme utilisé et le renforcement transversal qu'elle peut contenir ou non. Les différents types de renforcements possibles des stratifiés dans l'épaisseur ont été présentés. Les principales raisons de l'essor du développement des recherches sur ces renforcements transversaux sont l'amélioration de la résistance aux dommages et des propriétés mécaniques à l'impact et après impact. Le renforcement transversal par couture en point noué modifié est celui qui sera pris en compte pour la caractérisation et l'analyse de son influence sur les résultats. Les différents plans d'expériences ont été présentés et la méthode de Taguchi est choisie pour l'analyse statistique des résultats de caractérisation. Les conditions de choix des tables de Taguchi à utiliser dans cette recherche ont été expliquée ainsi que la méthode d'analyse des résultats. Ce travail de recherche a donc pour but, de déceler l'influence probable et quantifier les effets des paramètres procédés sur la santé matière et les caractéristiques des stratifiés fabriqués par infusion de résine liquide, selon la méthode des plans d'expériences.

Les chapitres suivants seront consacrés à l'analyse statistique des effets des paramètres procédés sur les réponses à rupture en traction, compression, cisaillement interlaminaire et compression après impact des stratifiés infusés en vue de faire une approche d'optimisation de ces paramètres. Le chapitre II traitera de l'analyse des propriétés des stratifiés infusés non cousus et le

chapitre III des stratifiés infusés cousus. Une problématique importante actuelle des structures stratifiées vis à vis de l'aéronautique et un critère de dimensionnement des pièces réside sur la tenue à l'impact et en post-impact. Pour cette raison, au chapitre IV, une étude du comportement à l'impact et en compression après impact des stratifiés infusés cousus et non cousus sera présentée afin de prédire l'effet d'un nombre réduit de paramètres procédés sur ces propriétés.

I.6 RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Alexis et Alexis**, *"Pratique Industrielle Des Plans D'expériences. La Qualité À Moindre Coût: L'approche Taguchi."* Editions AFNOR, 1999 276 pages.
- Amouroux**, *"On the Role of Membrane to Improve Quality of Vartm Processed Composites."* SAMPE Journal 42, (N° 1), 2006, 31-40.
- Beckwith**, *"Resin Infusion Liquid Molding Vacuum Infusion Processing Numerous Other Names. An Alphabet Soup Expanding Technologies."* SAMPE Journal 42, (1), 2006, 1 page.
- Berreur, Maillard et Nösperger**, *"L'industrie Française Des Matériaux Composites."* Rapport de synthèse, 2002, 47 pages.
- Berthet**, (1998). *"Contribution À L'étude De L'influence Des Paramètres De Mise En Œuvre Et De Constitution Sur Les Propriétés Mécaniques Des Composites Carbone / Époxy Injectés Sur Renfort (Rtm)."* Ecole des Mines de Paris, Sciences et Génie des Matériaux, Thèse de Doctorat, Soutenue le 4 Mars 1998: 326 pages.
- Berthet, Devos, Schmidt et Ansart**, *"Moulage Par Transfert De Résine De Composites Structuraux (C/Ep), Influence Des Paramètres Du Procédé Et De Constitution Sur Le Comportement Sous Impact Et La Résistance En Compression Après Impact."* Revue des composites et des matériaux avancés 8, (1), 1998, 47.
- Berthet, Njionhou et Castanié**, Composites Ncf Carbone Epoxy Infusés : Matériaux-Procédés - Propriétés. MATERIAUX 2010, 18-22 octobre, 2010, Nantes, France
- Bibo et Hogg**, *"The Role of Reinforcement Architecture on Impact Damage Mechanisms and Post-Impact Compression Behaviour."* Journal of Materials Science Volume 31, Number 5 / 1996.
- Binétruy**, *"Physique Du Moulage Des Composites Avancés : Aspects Théoriques."* Technique de l'ingénieur AM 3718, 2004, 16 pages.
- Binétruy**, *"Physique Du Moulage Des Composites Avancés : Applications."* Techniques de l'Ingénieur AM 3719, 2006, pp. 1-14.
- Botelho, Silva, Pardini et Rezende**, *"A Review on the Development and Properties of Continuous Fiber/Epoxy/Aluminum Hybrid Composites for Aircraft Structures."* Materials Research 9, 2006, 247-256.
- Brandt**, *"The Research Requirement of the Transport Sectors to Facilitate an Increased Usage of Composite Materials, Part I: The Composite Material Research Requirements of the Aerospace Industry."* EADS Deutschland GmbH, Corporate Research Centre, 2004.
- CARMA**, *"Glossaire Des Matériaux Composites."* 2006, 34 pages.

- Celle, Drapier et Bergheau**, "Numerical Modelling of Liquid Infusion into Fibrous Media Undergoing Compaction." *European Journal of Mechanics - A/Solids* 27, (4), 2008, pp. 647-661.
- Clédat**, "Présentation Des Technologies «Moule Fermé»." Cray Valley, Pôle de Plasturgie de l'Est, 2006, 30 pages.
- Cripps**, "Frp Composites Processing." Gurit, 2008.
- Donadon, Falzon, Iannucci et Hodgkinson**, "Intralaminar Toughness Characterisation of Unbalanced Hybrid Plain Weave Laminates." *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 38, (6), 2007, 1597-1611.
- Dong**, "A Modified Rule of Mixture for the Vacuum-Assisted Resin Transfer Moulding Process Simulation." *Composites Science and Technology* 68, (9), 2008, 2125-2133.
- Dransfield, Baillie et Mai**, "Improving the Delamination Resistance of Cfrp by Stitching--a Review." *Composites Science and Technology* 50, (3), 1994, 305-317.
- Edgren, Mattsson, Asp et Varna**, "Formation of Damage and Its Effects on Non-Crimp Fabric Reinforced Composites Loaded in Tension." *Composites Science and Technology* 64, (5), 2004, 675-692.
- Freitas, Magee C. et Boyce J.**, Service Tough Composites Structures Using the Z-Direction Reinforcement Process. Conference on Fibrous Composites in Structural Design, 1992.
- Goupy**, "Plans D'expériences." *Techniques de l'Ingénieur, traité Analyse et Caractérisation*, Doc. PE 230, 1997, 26 pages.
- Govignon, Bickerton, Morris et Kelly**, "Full Field Monitoring of the Resin Flow and Laminate Properties During the Resin Infusion Process." *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 39, 2008, 1412-1426.
- Han, Suh, Yang et Hahn**, "Resin Film Infusion of Stitched Stiffened Composite Panels." *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing (Incorporating Composites and Composites Manufacturing)*, Part A 34, 2003, 10 pages.
- Klunker, Aranda, Ziegmann et al.**, Permeability and Compaction Models for Non Crimped Fabrics to Perform 3d Filling Simulations of Vacuum Assisted Resin Infusion. The 9th International Conference on Flow Processes in Composite Materials, 2008, Montréal (Québec), Canada.
- Labat, Breard, Pillut-Lesavre et Bouquet**, Détermination Des Paramètres D'injection Pour Minimiser Les Vides Dans Les Pièces Composites. XV ème Congrès Français de Mécanique, Nancy, 2001.
- Lamure**, (2007). "Méthodologie Des Plans D'expériences: Plans Factoriels Complets." Cours INP: ENSIACET, Cours.
- Langella et Durante**, "Comparison of Tensile Strength of Composite Material Elements with Drilled and Molded-in Holes." *Springer Science* 15, 2008, 227-239.
- Lawrence, Neacsu et Advani**, "Modeling the Impact of Capillary Pressure and Air Entrapment on Fiber Tow Saturation During Resin Infusion in Lcm." *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 40, (8), 2009, 1053-1064.

- Ledru**, (2009). "*Etude De La Porosité Dans Les Matériaux Composites Stratifiés Aéronautiques*." Université de toulouse, Institut National Polytechnique de Toulouse, Thèse de Doctorat, Soutenue le 14 décembre 2009: 242 p.
- Ledru, Bernhart, Piquet et al.**, (2010). "*Coupled Visco-Mechanical and Diffusion Void Growth Modelling During Composite Curing*." Composites Science and Technology, doi:10.1016/j.compscitech.2010.08.013.
- Lee et Wei**, "*Effect of Material and Process Variables on the Performance of Resin-Transfer-Molded Epoxy Fabric Composites*." Journal of Applied Polymer Science Volume 77 (Issue 10), 1999, 2149-2155.
- Liotier, Vautrin et Delisée**, "*Characterization of 3d Morphology and Microcracks in Composites Reinforced by Multi-Axial Multi-Ply Stitched Preforms*." Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 41, (5), 2010, 653-662.
- Lundström**, "*The Permeability of Non-Crimp Stitched Fabrics*." Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 31, (12), 2000, 1345-1353.
- Mattsson**, (2005). "*Mechanical Performance of Ncf Composites*." Luleå University of Technology, Department of Applied Physics and Mechanical Engineering Thèse de Doctorat, Soutenue en Novembre 2005: 172 pages.
- Mattsson, Joffe et Varna**, "*Methodology for Characterization of Internal Structure Parameters Governing Performance in Ncf Composites*." Composites Part B: Engineering 38, (1), 2007, 44-57.
- Mouritz**, "*Review of Z-Pinned Composite Laminates*." Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 38, (12), 2007, pp. 2383-2397.
- Mouritz, Bannister, Falzon et Leong**, "*Review of Applications for Advanced Three-Dimensional Fibre Textile Composites*." Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 30, (12), 1999, 1445-1461.
- Mouritz et Cox**, "*A Mechanistic Approach to the Properties of Stitched Laminates*." Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 31, (1), 2000, 1-27.
- Mouritz, Leong et Herszberg**, "*A Review of the Effect of Stitching on the in-Plane Mechanical Properties of Fibre-Reinforced Polymer Composites*." Composites Part a-Applied Science and Manufacturing 28, (12), 1997, 979-991.
- Niggemann et Heider**, "*Analysis of the Controlled Atmospheric Pressure Resin Infusion Process (Capri)*." Center for Composite Materials, 2005.
- Njionhou K., Berthet et Castanié**, "*Parameters Affecting Mechanical Properties of Composite Manufactured by Liquid Resin Infusion (Lri)* " Proc. of The 17th International Conference on Composite Materials: (ICCM 17), 2009, 10.
- Njionhou K., Berthet et Castanié**, "*Relationships between Process Parameters and Mechanical Properties of Laminated Plates Made by L.R.I.*" Proc. of The 10th International Conference on Flow Processes in Composite Materials: (FPCM10), 2010.

- Nwabuzor**, (2004). "*Development of the Ridft Process Incorporation of Ultraviolet Curing Technique.*" The Florida State University College of Engeneering, Department of Industrial Engineering In partial fulfilment. Thèse de doctorat, Soutenue le 15 Avril 2004.
- Pansart, Sinapius et Gabbert**, "*A Comprebensive Explanation of Compression Strength Differences between Various Cfrp Materials: Micro-Meso Model, Predictions, Parameter Studies.*" Composites Part A, (40), 2009 pp. 376-387.
- Pearce, Guild et Summerscales**, "*A Study of the Effects of Convergent Flow Fronts on the Properties of Fibre Reinforced Composites Produced by Rtm.*" Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 29, (1-2), 1998, 141-152.
- Ruiz, Achim, Soukane et al.**, "*Optimization of Injection Flow Rate to Minimize Micro/Macro-Voids Formation in Resin Transfer Molded Composites.*" Composites Science and Technology Vol. 66, (Issues 3-4), 2006, 475-486.
- Sabre**, "*Plans D'expériences – Méthode De Taguchi.*" Techniques de l'Ingénieur, Procédés chimie-bio - agro, Apport du génie des procédés, Doc. F 1 006, 2007, 10 pages.
- SAERTEX**, "*Vap Technology.*" 2 pages.
- T.P.I.**, "*An Overview of the Scrimp™ Technology.*" T.P.I Technology Inc., Reinforced Plastics, 2002, 12 pages.
- Teemer, Okoli et Liang**, "*The Effect of Processing Parameters on the Mechanical Properties of Components Manufactured Using the Resin Infusion between Double Flexible Tooling Process, .*" SAMPE '06 Long Beach, Vol. 51, 2006, 9 pages.
- Thagard, Okoli et Liang**, "*Resin Infusion between Double Flexible Tooling: Evaluation of Process Parameters.*" Journal of reinforced plastics and composites, Vol. 23, (N° 16), 2004, 12 pages.
- Thomas, A. K. Miller et A. L. Chan**, "*Fabrication of Complex High-Performance Composite Structures at Low Cost Using Vartm.*" 47th International SAMPE Symposium 47, 2002, 13 p.
- Timms, Mulchandani, Govignon et Bickerton**, Identifying Sources of Variability in the Mechanical Performance of Resin Infused Textile Composites. 9th International Conference on Textile Composites (TexComp9), 2008, Newark, DE.
- Toral**, (2009). "*Identification Et Modélisation Du Comportement Des Structures Composites Assemblées Par Cloutage.*" Université de Toulouse, Ecole doctorale Mécanique, Energétique, Génie civil et Procédés (MEGeP), Thèse de Doctorat, Soutenue le 20 janvier 2009.
- Trochu, Ruiz, Achim et Soukane**, "*Advanced Numerical Simulation of Liquid Composite Molding for Process Analysis and Optimization.*" Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 37, (6), 2006, 890-902.
- Walsh et Mohan**, "*Study of Staggered Flow Fronts with Applications to Sensor - Based Control.*" U. S. Army Research Laboratory, 5 pages.
- Wei et Zhang**, "*Characterization of Microstructure in Stitched Unidirectional Composite Laminates.*" Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 39, (5), 2008, 815-824.

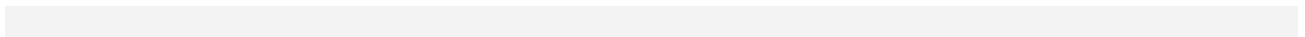
- Williams, Summerscales et Grove**, *"Resin Infusion under Flexible Tooling (Rift): A Review."* Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 27, (7), 1996, 517-524.
- Woods, Modin, Hawkins et Hanks**, *"Controlled Atmospheric Pressure Infusion Process."* International Patent WO 03/101708 A1,, 2005.
- Yenilmez, Senan et Sozer**, *"Variation of Part Thickness and Compaction Pressure in Vacuum Infusion Process."* Composites Science and Technology Vol. 69, (11-12), 2008, 28 pages.
- Yenilmez et Sozer**, *"Compaction of E-Glass Fabric Preforms in the Vacuum Infusion Process, A: Characterization Experiments."* Composites Part A (40), 2009, 499-510.
- Zhang, Hounslow et Grassi**, *"Improvement of Low-Velocity Impact and Compression-after-Impact Performance by Z-Fibre Pinning."* Composites Science and Technology 66, 2006, 2785-2794.
- Zhou, Alms et Advani**, *"A Closed Form Solution for Flow in Dual Scale Fibrous Porous Media under Constant Injection Pressure Conditions."* Composites Science and Technology 68, (3-4), 2007, pp. 699-708.

CHAPITRE II

ANALYSE DES PROPRIETES DES STRATIFIES

INFUSES NON COUSUS

Introduction	69
II.1 Méthodes d'infusion et de caractérisations des stratifiés infusés non cousus	70
II.2 Analyses des résultats de caractérisations.....	80
II.3 Conclusion générale sur les stratifiés infusés non cousus.....	105



INTRODUCTION

Ce chapitre présente l'analyse des résultats de caractérisation des stratifiés fabriqués par infusion de résine liquide (*LRI : Liquid Resin Infusion*) en fibres de carbone NCF non cousus et en résine époxy RTM 6.

La méthode employée pour réaliser l'étude de ces stratifiés infusés et analyser leurs résultats de caractérisation est celle des plans d'expériences selon la méthode de Taguchi. Une première partie de ce chapitre concerne la construction de la table de Taguchi nécessaire à la fabrication des stratifiés infusés non cousus. Cette table est conçue en fonction des paramètres procédés identifiés et classés pour ce cas d'étude. L'outillage et la procédure de fabrication de ces stratifiés seront décrits.

Ensuite, dans la deuxième partie, les résultats moyens des essais de traction, compression, cisaillement interlaminaire, essai d'analyse mécanique dynamique ou « *Dynamic Mechanical Analysis (DMA)* », ainsi que les mesures des épaisseurs, taux de fibres et taux de porosités seront présentés par condition de fabrication. L'analyse statistique des résultats de ces caractérisations permettra de ressortir les effets qu'ont les paramètres procédés sur les réponses. Une analyse microscopique des stratifiés infusés sera faite par contrôle de leur microstructure et des défauts dans la structure. Des comparaisons de la santé matière en terme de nature de porosités (contenance, taille, forme) dans les stratifiés issus des conditions de fabrication différentes permettront d'interpréter les résultats et d'en ressortir ses effets sur les propriétés mécaniques.

II.1 METHODES D'INFUSION ET DE CARACTERISATIONS DES STRATIFIES INFUSES NON COUSUS

II.1.1 Paramètres procédés et plan d'expériences

La partie du chapitre « *étude bibliographique* » concernant les problématiques scientifiques relatives au procédé d'infusion de résine liquide a permis de recenser les paramètres procédés susceptibles d'avoir une influence sur les propriétés finales des stratifiés infusés. Ce cas d'étude précis s'intéresse uniquement à des stratifiés infusés avec une préforme non cousue. Par conséquent, les paramètres sont au nombre de huit. Ils sont classés comme suit en trois groupes principaux plus une interaction :

- ✓ *La nature de la préforme* renferme un seul facteur : *le nombre de couches de carbone NCF* ;
- ✓ *La configuration du procédé* est constituée du *niveau de vide* atteint pendant l'infusion, *du côté de la plaque* (lieu où se situe la préforme pendant le procédé de fabrication) et du *nombre de couches de tissu drainant* ;
- ✓ *Les températures du procédé* se composent de la *température du moule*, de la *température d'injection* de résine et de la *température de cuisson* de résine
- ✓ *L'interaction entre le nombre de couches de NCF et le nombre de couches de tissu drainant*

Chaque paramètre a deux niveaux de variation, un niveau bas et un niveau élevé, à l'exception du niveau de vide dont la valeur pendant le processus de fabrication n'est pas maîtrisée mais contrôlée. Les préformes seront donc constituées de *deux* ou de *quatre couches de carbone NCF*, la plaque au cours de la fabrication est soit du *côté aspiration du vide*, soit du *côté injection de résine*, et enfin *une ou deux couches de tissus drainants* seront utilisées. La *température du moule* sera de 100°C ou de 120°C , la *température d'injection* de résine de 60°C ou de 80°C et la *température de cuisson* de résine de 160°C ou de 180°C . Avec 8 paramètres d'étude au total dont une interaction et 2 niveaux de variation par paramètre en général, la table de Taguchi retenue qui permet d'avoir le moins d'essai expérimental possible à réaliser est la table $L_{16}(2^{15})$. Elle comporte 16 lignes principales qui représentent les conditions de fabrication et 8 colonnes où sont classés les paramètres procédés à étudier en fonction de leur difficulté de réalisation croissante (tableau 2.1). Deux lignes de vérification sont rajoutées à la table $L_{16}(2^{15})$ d'origine pour prouver la validité des résultats statistiques trouvés. Ces vérifications sont faites en utilisant les résultats d'essais de ces deux dernières lignes comme outils de comparaison du meilleur modèle obtenu statistiquement par

réponse de caractérisation à sa prédiction. En se basant sur ce plan d'expériences, les stratifiés sont alors fabriqués selon les différentes conditions qui constituent les lignes de ce tableau.

Tableau 2.1 : Plan d'expériences pour les stratifiés infusés non cousus : Table de Taguchi $L_{16}(2^{15})$

Conditions de fabrication		Paramètres procédés							
N°	Exp.	Nombre de N.C.F	Temp. d'injection (°C)	Interaction N.C.F et drainant	Temp. de moule (°C)	Tissus drainants	Temp. de cuisson (°C)	Côté de plaque	Niveau de vide (mbar)
1	1V	2	60	1	120	2	160	Vide	1.1
2	1I	2	60	1	120	2	160	Injection	1.1
3	2V	2	60	2	100	1	180	Vide	1.6
4	2I	2	60	2	100	1	180	Injection	1.6
5	3V	4	80	1	120	1	180	Vide	1
6	3I	4	80	1	120	1	180	Injection	1
7	4V	4	80	2	100	2	160	Vide	1.4
8	4I	4	80	2	100	2	160	Injection	1.4
9	5V	2	80	1	100	2	180	Vide	1.3
10	5I	2	80	1	100	2	180	Injection	1.3
11	6V	2	80	2	120	1	160	Vide	1.1
12	6I	2	80	2	120	1	160	Injection	1.1
13	7V	4	60	1	100	1	160	Vide	1.4
14	7I	4	60	1	100	1	160	Injection	1.4
15	8V	4	60	2	120	2	180	Vide	2.4
16	8I	4	60	2	120	2	180	Injection	2.4
17	9V	4	70	2	110	2	170	Vide	1.7
18	9I	4	70	2	110	2	170	Injection	1.7

II.1.2 Fabrication des stratifiés infusés non cousus

II.1.2.1 Introduction

Le but est de fabriquer des plaques composites par infusion de résine liquide afin d'y découper des éprouvettes pour pouvoir caractériser les stratifiés infusés carbone NCF et époxy RTM 6, puis obtenir leurs propriétés mécaniques et morphologiques¹. Pour ce faire, il est nécessaire de passer par plusieurs phases :

- ✓ la conception dimensionnelle de la structure ;
- ✓ la conception et la réalisation de l'outillage de fabrication ;
- ✓ la mise en œuvre des stratifiés par infusion.

¹ Voir annexe 2 et 3 pour explication sur les procédures d'essais de caractérisation

Le nombre de couches de carbone NCF définit l'épaisseur approximative de la pièce en fonction des caractéristiques des tissus NCF². Les dimensions géométriques de la structure infusée (longueur et largeur) sont imposées par les dimensions de l'outillage disponible et par les géométries et le nombre d'éprouvettes à prélever.

II.1.2.2 Outillage et procédure de fabrication

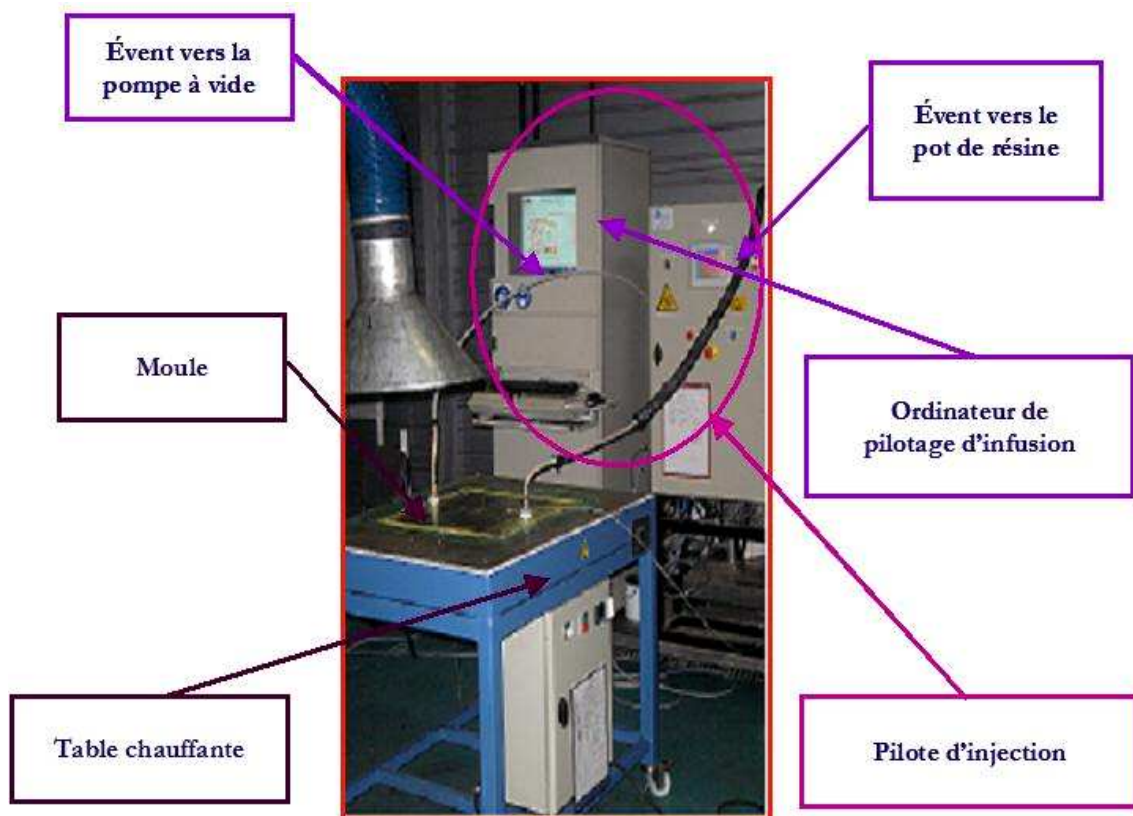


Figure 2.1 : Dispositif de fabrication des structures composites infusées

Le dispositif de fabrication des composites stratifiés infusés est constitué de la machine et de l'outillage suivant (figure 2.1):

- ✓ un moule carré en aluminium de $500 \times 500 \text{ mm}^2$
- ✓ une table chauffante programmable avec une température maximale de 250°C
- ✓ un pilote d'injection de résine (ISOJET) équipé d'une pompe à vide, d'un pot de résine sur balance et d'un ordinateur réalisant le pilotage d'infusion (mise sous vide du moule, chauffage, dégazage et injection de résine) et l'acquisition des données (températures et pressions à temps réel, masse de résine injectée).

² Voir annexe 1 pour plus de renseignements sur les caractéristiques des tissus NCF

Ce dispositif peut permettre de fabriquer des pièces structurales de dimensions moyennes d'environ $900 \times 600 \text{ mm}^2$ avec différentes épaisseurs. Cette mise en œuvre est faite en suivant une procédure de fabrication de quatre étapes principales.

1)- Découpage et drapage

Les renforts en tissus de fibres de carbone NCF (*Tenax IMS 60 E13 24K 830 tex*) sont découpés plusieurs en morceaux de $400 \times 150 \text{ mm}^2$ en fonction du nombre de couches considéré dans la condition de fabrication à mettre en œuvre (2 ou 4). Ensuite, ces tissus sont drapés à température ambiante en respectant la symétrie miroir (figure 2.2) sur un moule posé sur la table chauffante (figure 2.3).

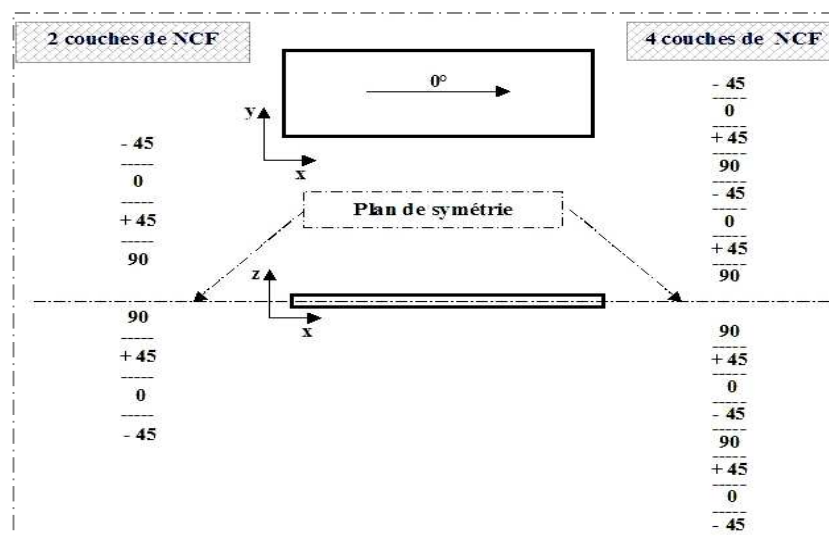


Figure 2.2 : Schéma de l'empilement des couches de carbone NCF

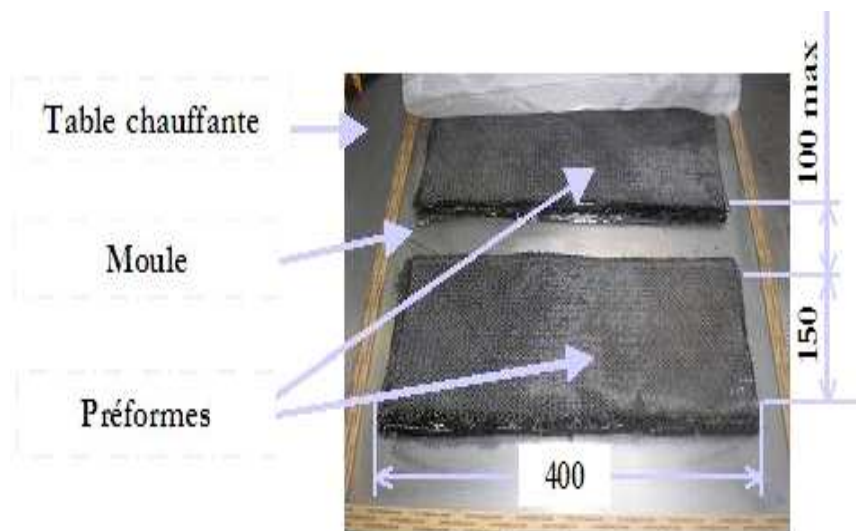


Figure 2.3 : Drapage des préformes

Un agent démoulant semi-permanent (*FREKOTE*) est appliqué au préalable sur la surface du moule afin de faciliter le démoulage de la partie du composite en contact avec le moule après son refroidissement. Les préformes sont en deux parties dont l'une est placée vers le point d'aspiration du vide et l'autre vers celui d'injection de résine (figure 2.3 et 2.4). Elles sont espacées l'une de l'autre de *100 mm* environ pour permettre la disposition en bord de moule des éléments d'étanchéité et de mise sous vide de l'enceinte composée de bâche à vide et de moule.

2)- Etanchéité

Les préformes étant disposées sur le moule, elles sont ensuite recouvertes d'un tissu d'arrachage (figure 2.4). Ce tissu d'arrachage facilite le démoulage des parties supérieures des plaques composites après leur cuisson. Un (ou deux) tissu(s) drainant(s) selon l'expérience à faire est placé au dessus du tissu d'arrachage. Une bâche à vide recouvre l'ensemble et crée ainsi l'étanchéité dans l'enceinte par son collage sur un joint de mastic placé tout autour du moule.

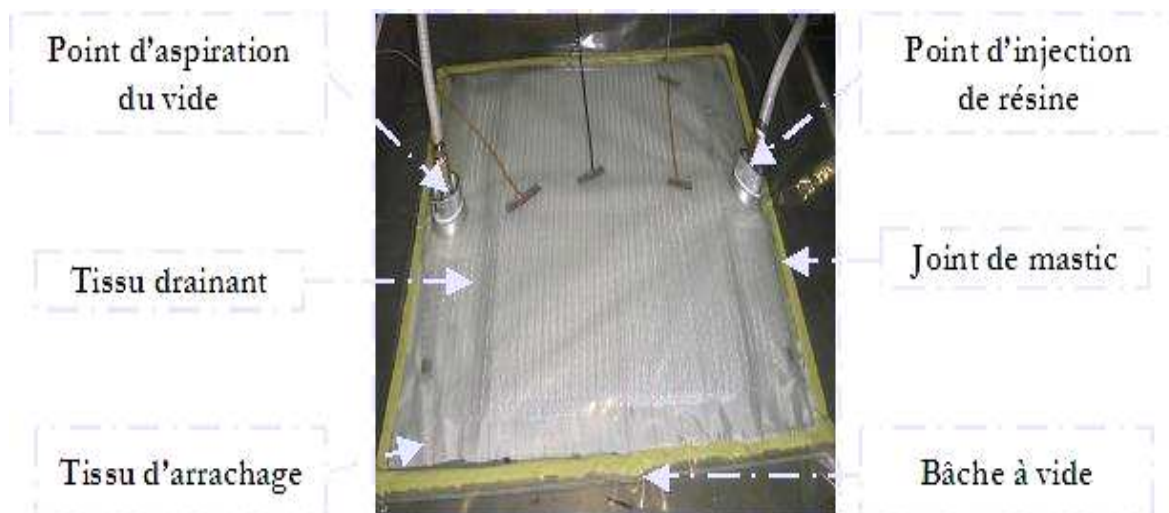


Figure 2.4 : Étanchéité de l'enceinte bâche à vide et moule

3)- Mise sous vide et infusion

La mise sous vide de l'ensemble est précédée d'une programmation de chauffage du moule et de la résine simultanément. Ces programmations sont faites successivement à la table chauffante et au pilote d'injection. Des thermocouples sont placés, non pas à l'intérieur du composite par souci de préserver sa qualité et son étanchéité, mais en surface de la bâche à différents endroits sur les préformes afin de vérifier les températures locales au cours du processus (figure 2.5).

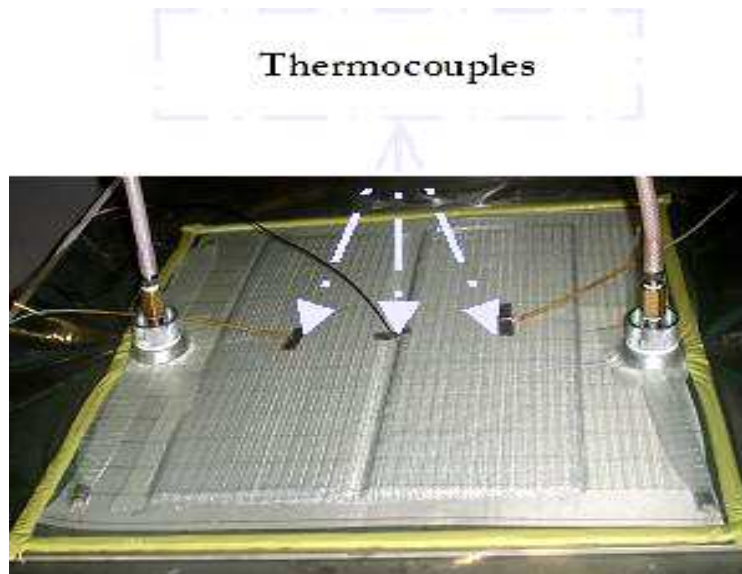


Figure 2.5 : Mise sous vide de l'enceinte bâche à vide et moule

Lorsque les températures escomptées sont atteintes (température de moule : 100°C ou 120°C mesurée sur la table et température d'injection de résine : 60°C ou 80°C mesurée à l'aide d'une sonde placée dans le pot de résine), il se passe successivement :

- ✓ le dégazage de la résine sous vide d'air pendant 10 min,
- ✓ la mise sous vide de l'enceinte bâche à vide et moule pendant 10 min,
- ✓ l'injection et l'infusion de résine à température d'injection à travers l'épaisseur de la préforme.

Le niveau de vide atteint dans l'enceinte à la fin de la deuxième phase doit être en moyenne inférieur à 2 mbar pour s'assurer de la qualité de la pièce. Il est mesuré à la pompe pour toutes les fabrications. C'est cette valeur du niveau de vide qui est relevée pour l'analyse des paramètres influents. La troisième phase, l'injection et l'infusion de résine, est lancée uniquement lorsque le conduit d'alimentation atteint la température d'injection de résine prévue. Ainsi, la résine pénètre d'abord dans le(s) tissu(s) drainant(s) puis s'infuse dans l'épaisseur de la préforme structurée (figure 2.6). L'infusion se poursuit jusqu'à la sortie de la résine au point d'aspiration du vide. La position de la résine durant l'infusion est délimitée toutes les minutes afin de calculer par la suite la vitesse d'avancée du front de résine à chaque instant au cours du processus. Le même niveau de vide est maintenu de la phase d'injection au remplissage complet de l'enceinte. Pendant cette phase, la qualité de l'étanchéité est surveillée de sorte à ce que la résine ne comporte pas de bulles pendant le processus. L'enceinte est ensuite isolée du pilote, entrée et sortie de résine fermée, pour procéder à la polymérisation.

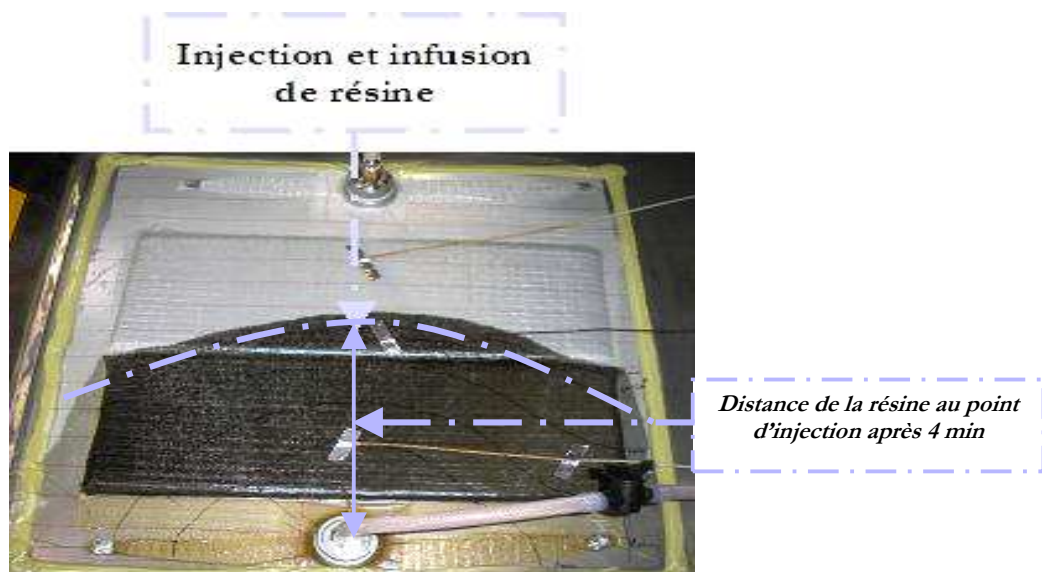


Figure 2.6 : Remplissage de l'enceinte bâche à vide et moule

4)- Polymérisation et refroidissement

La polymérisation du composite se fait hors autoclave et directement sur la table chauffante programmable à température de cuisson prévue (160°C ou 180°C) suivant un cycle de cuisson (tableau 2.2) avant refroidissement. Après cuisson, chaque plaque composite est refroidie pendant une durée minimale de 2 h afin d'obtenir une pièce suffisamment rigide avant son démoulage et son nettoyage.

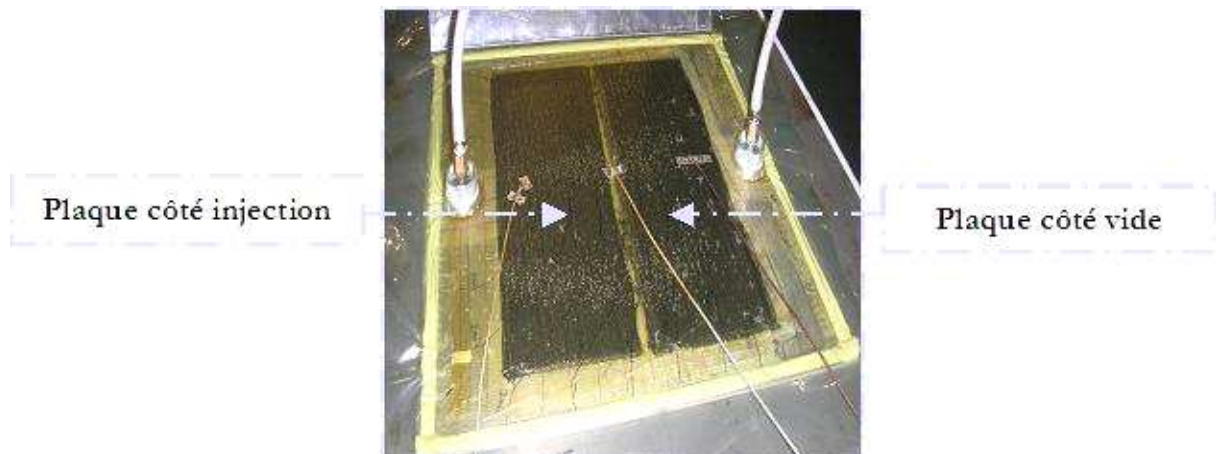


Figure 2.7 : Polymérisation et refroidissement des plaques de stratifiés infusés

Aucune post-cuisson n'est réalisée sur ces plaques pour éviter d'atténuer l'effet de la température de cuisson pendant l'analyse des résultats. Une fois les plaques de $400 \times 150 \text{ mm}^2$ de stratifiés infusés obtenues, il est nécessaire de les découper aux dimensions des éprouvettes en fonction des essais de caractérisation à faire.

Tableau 2.2 : Cycle de cuisson de stratifiés infusés de carbone NCF et d'époxy RMT 6

Température de cuisson (°C)	Temps de montée (min.)	Temps de maintien (min.)	Temps de descente (min.)
160	45	75	120
170	60	70	120
180	60	60	120

II.1.3 Expertise des éprouvettes avant essai

Le tableau 2.3 présente l'ensemble des normes utilisées et les dimensions des éprouvettes pour chaque essais de caractérisation. Chaque plaque composite a le même nombre d'éprouvettes par essai³. Les découpes des éprouvettes sont faites à l'aide d'une scie diamantée de 2,20 mm d'épaisseur, de la même manière sur chaque plaque en suivant les plans de découpe de la figure 2.8. Les éprouvettes obtenues après découpe sont ensuite polies, nettoyées, puis mesurées et contrôlées⁴.

Tableau 2.3 : Dimensions et normes des éprouvettes de caractérisation

Dimensions (mm)	Traction NF EN ISO 527-4	Compression Pr EN 285 Celanese	Cisaillement interlaminaire NF EN ISO 14130	Analyse dynamique mécanique (DMA) NF T 51-120	Taux volumique de fibres et porosités NF EN 2564	Microscopie électronique à balayage (MEB)
Longueur totale de l'éprouvette (L ₃)	150 ± 1	110 ± 0,5	20 ± 0,5 40 ± 0,5	50 ± 1	20 ± 0,5	30
Distance initiale entre mors (L)	50 ± 1	8 ± 0,5	10 20	22,5 ± 0,5		
Longueur de référence (L ₀)	40	6				
Distance entre talons (L ₂)	50 ± 1	8 ± 0,5				
Longueur des talons (L _T)	49	51				
Epaisseur (h)	2 à 6	2 à 6	2 à 6			
Largeur (b)	20 ± 0,5	25 ± 1	10 ± 0,5 20 ± 0,5	2	5 ± 0,5 10 ± 0,5	20
Epaisseur des talons (d _T)	2	2				
Vitesse	1mm/min	1 mm/min	1 mm/min	10 Hz		
Nombres d'éprouvettes par plaque de stratifié	3	3	6	2	3	1

³ Voir annexe 2 et 3

⁴ Voir annexe 4

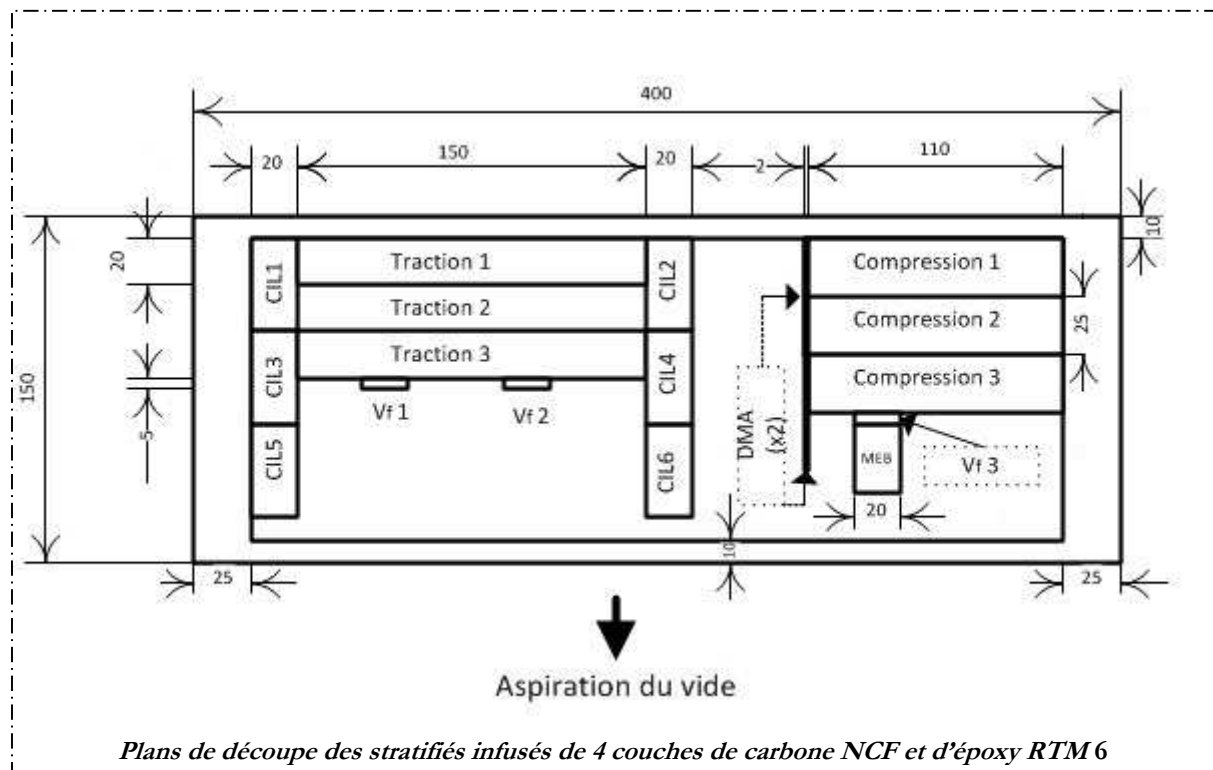
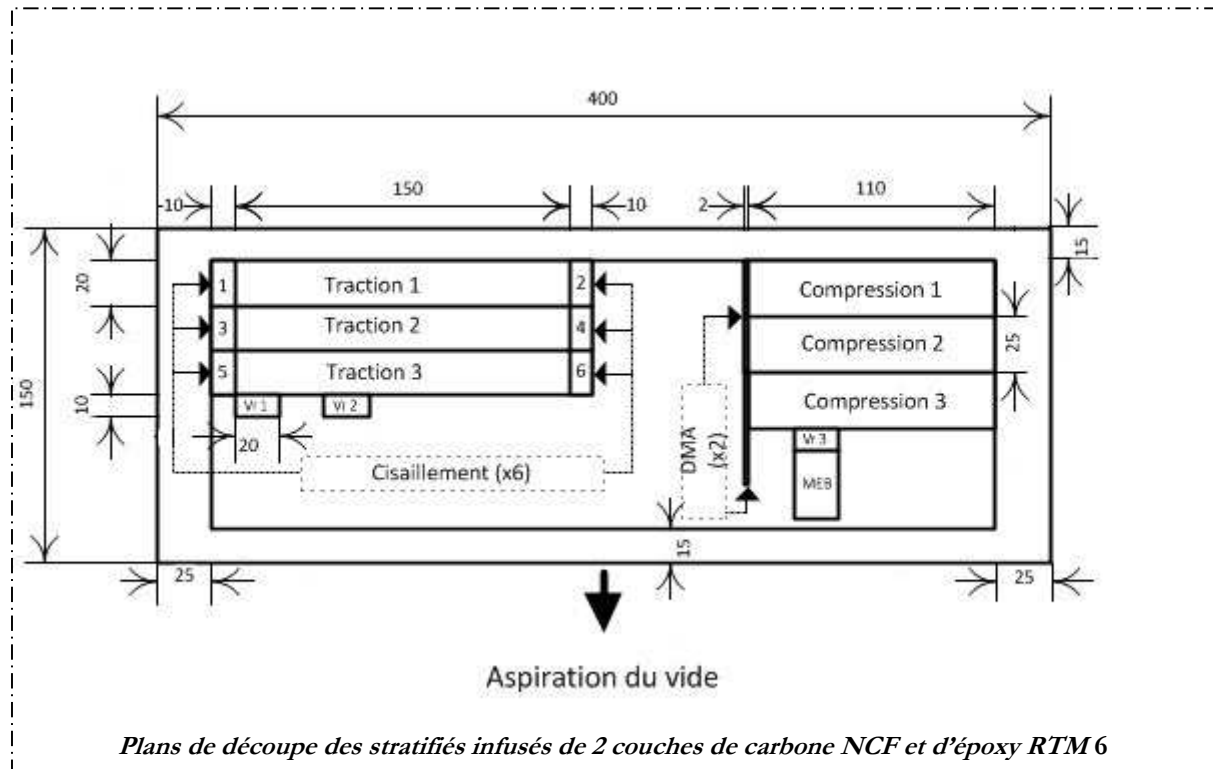


Figure 2.8 : Plans de découpe des stratifiés infusés de carbone NCF et d'époxy RTM 6

II.1.4 Bilan

Les composites de carbone NCF non cousus et en résine époxy RTM 6 ont été fabriqués par infusion de résine liquide en suivant le plan d'expériences d'une table de Taguchi type $L_{16}(2^{15})$. Seize conditions de fabrication principales et deux de validation et de vérification des résultats ont été mises en œuvre. 8 paramètres procédés dont la plupart comporte deux degrés de variation ont servis à la construction du plan d'expériences pour la fabrication de ces stratifiés infusés. Les plaques composites obtenues ont été découpées en éprouvettes suivant le respect scrupuleux des normes. Elles ont été testées et l'analyse statistique des résultats de caractérisation mécaniques et morphologiques est faite. Ainsi, le nombre total de caractérisations des stratifiés infusés non cousus pour ce plan d'expériences est de :

- ✓ 54 éprouvettes en traction
- ✓ 54 éprouvettes en compression
- ✓ 108 éprouvettes en cisaillement interlaminaire
- ✓ 36 éprouvettes en analyse mécanique dynamique (DMA)
- ✓ 162 éprouvettes en épaisseur
- ✓ 54 éprouvettes en taux de fibres et porosités
- ✓ 18 éprouvettes en microscopie électronique à balayage (MEB)

II.2 ANALYSES DES RESULTATS DE CARACTERISATIONS

Dans cette partie, les résultats moyens de caractérisation par condition de fabrication, leur analyse statistique et l'analyse microscopique des stratifiés infusés non cousus sont présentés.

La méthode d'analyse statistique des résultats est celle décrite au chapitre I dans la partie « *Description de la méthode d'analyse statistique des résultats* ». Rappelons juste ici son but ainsi que l'expression linéaire du modèle général (Y) liée à ce plan d'expériences qui s'écrit en fonction des paramètres procédés et des coefficients qui y sont associés (Eq. 2.1). L'expression linéaire du modèle général a donc pour variable les paramètres suivants classés selon leur ordre dans le plan d'expériences : le nombre de couches de carbone NCF (N_{NCF}), la température d'injection de la résine (T_I), l'interaction entre le nombre de NCF et le nombre de tissu drainant ($Int\ N_{NCF}, N_{td}$), la température du moule (T_M), le nombre de tissu drainant (N_{td}), la température de cuisson (T_c), le côté de la plaque (C_p) et le niveau de vide (N_v).

(2.1)

$$Y = C + a_{N_{NCF}} N_{NCF} + a_{T_I} T_I + a_{Int\ N_{NCF}, N_{td}} Int\ N_{NCF}, N_{td} + a_{T_M} T_M + a_{N_{td}} N_{td} + a_{T_c} T_c + a_{C_p} C_p + a_{N_v} N_v$$

L'analyse statistique permet de déterminer parmi ces paramètres ceux qui provoquent des variations des quantités caractérisées. Il s'agit de quantifier les effets de ces paramètres sur les réponses de caractérisation. Les calculs statistiques sont faits suite à une « *régression multilinéaire* ».

II.2.1 Résultats de caractérisation des stratifiés infusés non cousus

Ce paragraphe recense l'ensemble des résultats moyens de caractérisations morphologiques et mécaniques trouvés par expérience. Les réponses moyennes du plan sur les seize expériences principales y sont indiquées. Les valeurs maximales (en bleu) et minimales (en rouge) sont mises en surbrillance dans les tableaux récapitulatifs (2.4 et 2.5) de tout le plan d'expériences.

II.2.1.1 Résultats de caractérisations mécaniques

Les stratifiés de carbone NCF et d'époxy RTM 6 sont fabriqués et testés mécaniquement pour obtenir les résistances maximales à rupture en traction, en compression et en cisaillement interlaminaire (RCIL). Le tableau 2.4 présente les résultats moyens et les écarts types obtenus pour chacune de ces propriétés par expérience de fabrication du plan.

Tableau 2.4 : Résultats moyens des propriétés mécaniques

Conditions de fabrication		Propriétés mécaniques moyennes					
N°	Exp.	Résistance en traction (σ_t en MPa)	Ecart type (σ_t)	Résistance compression (σ_c en MPa)	Ecart type (σ_c)	RCIL (τ_{\max} en MPa)	Ecart type (τ_{\max})
1	1V	716.44	27.38	312.64	31.42	37.74	2.09
2	1I	756.00	56.50	478.40	33.05	34.66	3.72
3	2V	692.85	65.28	368.13	43.72	38.27	5.19
4	2I	773.18	20.71	475.13	27.09	40.74	2.33
5	3V	796.32	19.76	387.81	51.65	39.02	3.39
6	3I	674.49	2.66	442.68	39.39	36.32	2.52
7	4V	597.24	18.55	429.44	31.07	41.07	0.40
8	4I	782.35	31.84	481.91	18.34	43.59	2.30
9	5V	740.45	17.04	422.17	11.89	36.60	2.64
10	5I	772.52	16.34	451.67	46.10	36.33	2.65
11	6V	577.47	22.38	400.44	10.82	31.23	5.73
12	6I	805.24	21.59	433.08	43.53	39.62	2.41
13	7V	753.92	60.18	487.25	72.10	42.82	4.16
14	7I	784.43	64.31	487.29	45.32	41.65	5.34
15	8V	727.16	9.24	439.64	44.54	46.31	4.10
16	8I	802.15	19.68	393.11	11.01	41.08	6.21
Moyennes		745.49		419.54		39.37	

En observant ce tableau, l'on constate qu'il y a, malgré toutes les précautions prises lors des fabrications, une certaine variabilité dans les résultats pour une même condition de fabrication, mais aussi et ce qui est le plus important, une grande variation entre les résultats de tout le plan. L'on remarque par exemple que la valeur la plus faible de résistance en traction est 22% inférieure à la moyenne du plan et 28% de la valeur la plus élevée. Quand à la résistance en compression, l'on a respectivement 25,5% et 36% tandis que pour la RCIL, il s'agit de 21% et 33% respectivement. Ces variations attirent l'attention et montrent que le choix des paramètres et des conditions à utiliser au cours d'une fabrication de composites est très important. Il s'agira en phase industrielle d'identifier la meilleure combinaison de paramètres puis de s'assurer de la stabilité de ceux-ci au cours de la série.

II.2.1.2 Résultats de caractérisations morphologiques

Il s'agit des résultats moyens de températures de transition vitreuse (T_g), du taux volumique de fibres (V_f), du taux volumique de porosités (V_p) et de l'épaisseur (h) des stratifiés infusés non cousus. Ces grandeurs sont couplées aux dispersions obtenues par plaque pour chaque expérience de fabrication et répertoriés au tableau 2.5.

Tableau 2.5 : Résultats moyens des propriétés morphologiques

Conditions de fabrication		Propriétés morphologiques moyennes							
N°	Exp.	Temp. transition vitreuse (T_g en °C)	Ecart type (T_g)	Epaisseur (h en mm)	Ecart type (h)	Taux volumique de fibres (V_f en %)	Ecart type (V_f)	Taux volumique de porosités (V_p en %)	Ecart type (V_p)
1	1V	184.25	0.35	2.09	0.08	62.54	0.36	0.68	0.08
2	1I	166.90	4.53	2.03	0.04	62.80	0.31	0.36	0.10
3	2V	187.80	23.76	2.05	0.03	60.35	0.59	0.40	0.13
4	2I	193.80	0.71	2.08	0.04	60.05	1.03	0.55	0.09
5	3V	159.00	8.06	3.88	0.06	63.77	0.36	0.90	0.23
6	3I	185.40	5.94	3.89	0.10	64.59	0.65	1.01	0.22
7	4V	157.20	9.33	3.98	0.10	61.87	0.49	0.11	0.08
8	4I	171.35	6.43	3.95	0.08	63.03	0.39	0.45	0.07
9	5V	193.80	1.13	2.02	0.04	64.33	0.58	1.19	0.16
10	5I	180.65	1.20	2.04	0.07	65.37	1.04	1.02	0.26
11	6V	161.25	0.21	2.05	0.05	61.30	0.25	0.59	0.17
12	6I	172.55	1.06	2.04	0.03	62.11	0.63	0.73	0.12
13	7V	139.75	3.89	3.81	0.20	63.47	0.98	0.15	0.03
14	7I	154.80	11.17	3.77	0.17	62.88	0.43	0.80	0.38
15	8V	182.20	2.55	4.27	0.07	57.16	0.19	2.97	0.27
16	8I	155.00	6.93	4.18	0.04	56.64	0.15	0.18	0.08
Moyennes générales		171.61		3.01		62.02		0.77	
Moyenne pour 4 NCF				3.97					
Moyenne pour 2 NCF				2.05					

Dans ce cas des résultats morphologiques, on constate aussi les variations significatives entre les différentes conditions de fabrication du plan d'expériences. La T_g par exemple a la valeur la plus faible du plan 19% inférieur à la moyenne et 28% par rapport à la valeur la plus élevée. La même attention que celle des propriétés mécaniques est à prendre pour garantir une bonne qualité des pièces infusées. Soulignons tout de même que le procédé d'infusion de résine liquide, il est capable d'obtenir dans la globalité, à l'exception des conditions des lignes 15 et 16, des bons taux volumiques de fibres de l'ordre de plus de 60% et des très bons taux volumiques de porosités inférieurs ou égale à 1%. Ces deux propriétés font partie des critères de choix des procédés de fabrication des composites pour des applications aéronautiques. Nous pouvons donc considérer l'infusion de résine liquide comme un procédé candidat pour des pièces aéronautiques.

II.2.2 Analyse statistique d'essais de caractérisation

L'analyse statistique est faite suite à une régression multilinéaire à l'aide de l'analyse de la variance. Elle est basée sur le calcul de la probabilité de nullité (α) des coefficients des paramètres procédés. Ces coefficients quantifient les effets des paramètres procédés sur une réponse de caractérisation donnée. Ainsi, la procédure consiste à analyser chaque réponse séparément et déterminer itérativement le meilleur modèle. C'est le meilleur modèle associé à chaque réponse qui représente l'expression du résultat de l'analyse statistique. Cette expression est constituée uniquement des paramètres statistiquement significatifs exprimés en fonction des variables codées.

✓ Résultats de l'analyse statistique des propriétés mécaniques

$$\sigma_t = 742.98 + 26.37 C_p \quad (2.2)$$

$$\sigma_c = 434.95 + 20.45 C_p \quad (2.3)$$

$$\tau_{\max} = 40.31 + 2.93 N_v + 1.40 N_{NCF} \quad (2.4)$$

✓ Résultats de l'analyse statistique des propriétés morphologiques

$$T_g = 171.61 - 8.52 N_{NCF} + 8.10 T_c \quad (2.5)$$

$$V_f = 61.21 - 1.10 Int_{NCF, HPM} - 0.69 T_m - 1.97 N_v + 0.68 T_i \quad (2.6)$$

$$V_p = 0.95 + 0.21 T_c + 0.33 N_v + 0.19 T_m \quad (2.7)$$

$$h = 3.04 + 0.94 N_{NCF} + 0.05 T_m + 0.04 N_{t_d} - 0.04 Int_{NCF, t_d} + 0.08 N_v + 0.02 T_c \quad (2.8)$$

Les paramètres trouvés dans les expressions des meilleurs modèles des réponses de caractérisation (Eq. 2.2 à 2.8) ont des effets très significatifs (*ou TS lorsque $\alpha < 1\%$*) ou significatifs (*ou S lorsque $\alpha < 5\%$*) sur le résultat (tableau 2.6). Ces effets provoquent l'augmentation (+) ou la diminution (-) de la propriété du stratifié lorsque le paramètre influent passe de son niveau de variation bas à son niveau haut. Les variables étant codées (-1, 1), les coefficients des modèles linéaires sont directement comparables.

L'interprétation des résultats statistiques est décrite dans la suite en fonction de l'influence de chaque groupe de paramètres procédés sur l'ensemble des résultats de caractérisation. Les équations linéaires écrites ci-dessus représentent le « meilleur modèle » associé à chaque propriété pour toutes les données des résultats de caractérisation. D'autres modèles sont effectivement possibles mais les résultats des données expérimentales et des calculs statistiques ont conduit à ces modèles. Ils peuvent

être affinés pour une meilleure compréhension par des analyses telles que l'analyse microscopique. Chaque équation s'exprime donc en fonction d'une constante, moyenne des réponses prédites lors de l'analyse statistique, et de ses paramètres d'influence codés en leur niveau de variation (*bas* : -1 et *haut* : 1). Un exemple d'expression de meilleur modèle est celui de la résistance à rupture (σ_t) en traction (Eq. 2.2). En fonction des variations causées par les effets du paramètre « *côté de la plaque* (C_p) », elle a une valeur prédite minimale de 716,61 MPa et maximale de 769,35 MPa. Dans la suite de cette analyse, c'est la même méthode qui est employée pour les autres propriétés afin de calculer leurs valeurs moyennes allouées à un paramètre influent. Le tableau ci-dessous fait une synthèse des résultats généraux de l'analyse statistique de ce plan d'expériences.

Tableau 2.6 : Résultats généraux de l'analyse statistique des réponses de caractérisation

Paramètres procédés		Propriétés mécaniques			Propriétés morphologiques			
		σ_t	σ_c	τ_{max}	T_g	V_f	V_p	h
Nature de la préforme	Nombre de NCF (N_{NCF}) : De 2 à 4			TS (+)	TS (-)			TS (+)
Configuration du procédé	Nombre de tissu drainant (N_{td}) : De 1 à 2							TS (+)
	Côté de plaque (C_p) : Du côté vide au côté injection	S (+)	S (+)					
	Niveau de vide (N_v) : Du poussé au moins poussé			TS (+)		TS (-)	S (+)	TS (+)
Températures du procédé	Température du moule (T_m) : De 100°C à 120°C					TS (-)	S (+)	TS (+)
	Température d'injection (T_i) : De 60°C à 80°C					TS (+)		
	Température de Cuisson (T_c) : De 160°C à 180°C				TS (+)		S (+)	TS (+)
Interaction entre le nombre de NCF et de tissu drainant (Int $N_{NCF,td}$) pour des configurations ((2,2), (4,1)) et ((2,1), (4,2)) : De 1 à 2						TS(-)		TS (+)

II.2.2.1 Influence de la nature de la préforme (N_{NCF})

Le groupe de paramètres procédés « *nature de la préforme* » concerne ici uniquement le nombre de couches de carbone NCF (N_{NCF}) qui constitue la préforme. L'analyse statistique des propriétés des stratifiés infusés a révélé une influence *très significative* (TS) de ce paramètre sur sa *résistance au cisaillement interlaminaire* (RCIL ou τ_{max}), sa *température de transition vitreuse* (T_g) et son *épaisseur* (h).

L'utilisation de 2 couches de NCF d'une part et de 4 couches de NCF d'autre part pour fabriquer un stratifié infusé provoque statistiquement une augmentation de son épaisseur et de sa RCIL. Effectivement lorsque le nombre de couches de NCF est doublé, il est attendu que l'épaisseur moyenne de la structure soit aussi doublée. Ce qui est pratiquement le cas dans cette étude puisque l'épaisseur

passé de 2.1 mm à 3.98 mm en moyenne (Eq. 2.8), soit une augmentation de 89% . Les 11% restant sont dus aux autres effets tels que la compaction de la préforme (le niveau de vide) et la dilatation de la résine (les températures du procédé) dont les influences seront examinées dans les paragraphes suivants. La RCIL augmente de 2.8 MPa (Eq. 2.4) lorsque le nombre de NCF est doublé (figure 2.9). Cette augmentation pourrait être vraisemblablement liée à un effet d'éprouvette étant donné que les dimensions des stratifiés à 2 NCF et à 4 NCF ne sont pas les mêmes (voir partie II.1.3) et que l'état de contrainte de cet essai est très complexe. Mais cette hypothèse sera étudiée à nouveau en prenant en compte les autres paramètres influents sur cette propriété. La figure 2.9 présente les différentes variations prédites par le nombre de couche de NCF d'une préforme non cousue sur les propriétés d'un stratifié infusé. cette propriété.

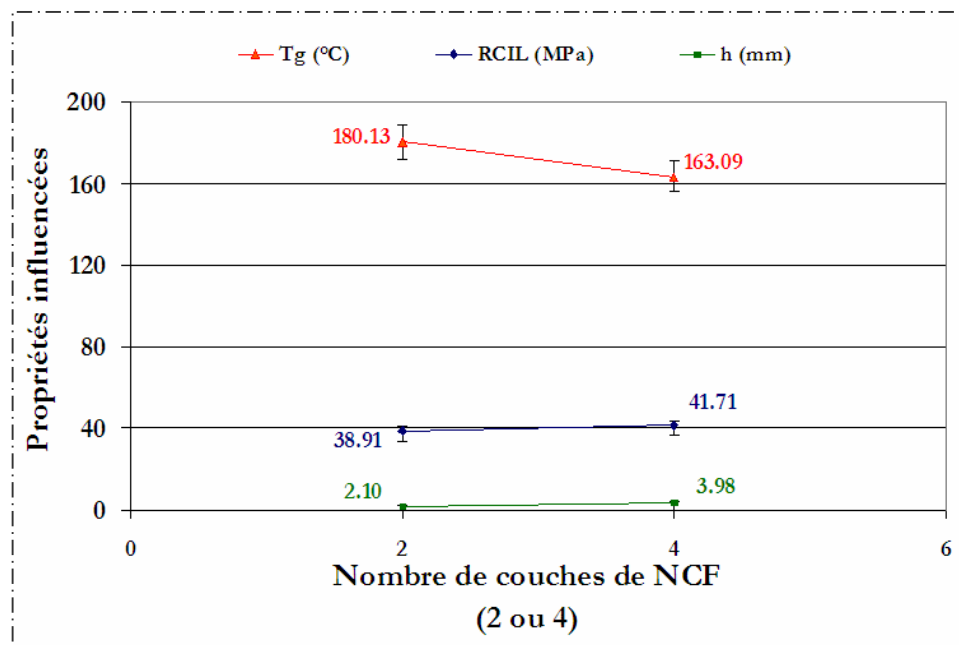


Figure 2.9 : Effets de la nature de la préforme sur les propriétés des stratifiés infusés non cousus

L'augmentation du nombre de couches de NCF provoque aussi une diminution de la T_g . En effet, la T_g d'un stratifié infusé passe de 180°C lorsqu'il est fabriqué avec 2 NCF à 163°C pour une fabrication avec 4 NCF. Soit une diminution moyenne de 17°C . Une analyse statistique secondaire entre la T_g et l'épaisseur du stratifié comme paramètre a montré que l'épaisseur a une influence très significative sur la T_g d'un stratifié infusé. En effet, la T_g diminue d'environ 16.71°C , soit une variation de 9.72% pour une moyenne à 171.84°C lorsque l'épaisseur de la structure passe de 2 mm à 4 mm . La figure 2.10 présente cette variation avec les données expérimentales de toutes les éprouvettes et les données prédites qui donnent effectivement la baisse selon la valeur de l'épaisseur. Il est tout de même important de souligner le fait que certains résultats de T_g sont des valeurs basses par rapport aux

résultats attendus (valeurs de $T_g < 160^\circ\text{C}$). Ces résultats peuvent s'expliquer par le fait que tout le processus de fabrication des stratifiés infusés est fait sur une table chauffante placée à l'air libre et non en étuve ou en autoclave comme cela est d'usage en industrie. Nous sommes donc soumis aux variations de températures ambiantes. Mais qu'à cela ne tienne, une conclusion sur ce paragraphe est qu'un stratifié infusé de grande épaisseur réticule plus lentement et aurait par conséquent une température de transition vitreuse plus faible par rapport à celui d'épaisseur inférieure.

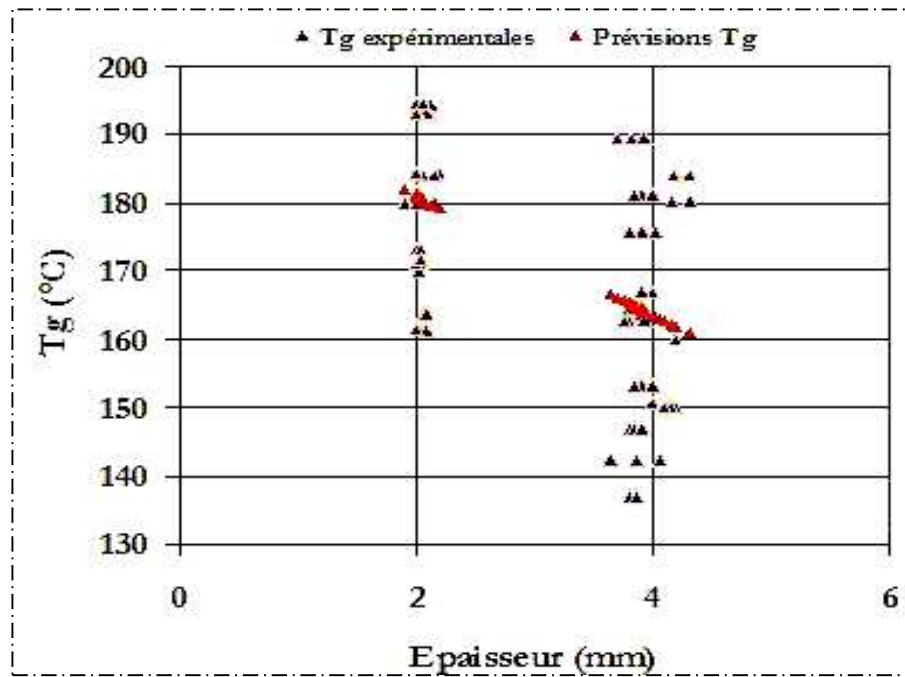


Figure 2.10 : Variation prédite de la température de transition vitreuse en fonction de l'épaisseur

II.2.2.2 Influence de la configuration du procédé

La *configuration du procédé* est le groupe de paramètres procédés de fabrication de stratifiés infusés, composé du nombre de couches de tissu drainant, du côté de la plaque et du niveau de vide. Ce groupe influence autant les propriétés mécaniques que les propriétés morphologiques des stratifiés (voir tableau 2.6). Les paramètres qui le composent ont des effets soient *significatifs* (S : la résistance en traction, la résistance en compression et le taux volumique de porosités), soient *très significatifs* (TS : la RCIL, l'épaisseur, le taux volumique de fibres) sur les réponses de caractérisation (Eq. 2.2 à 2.4 et 2.6 à 2.8).

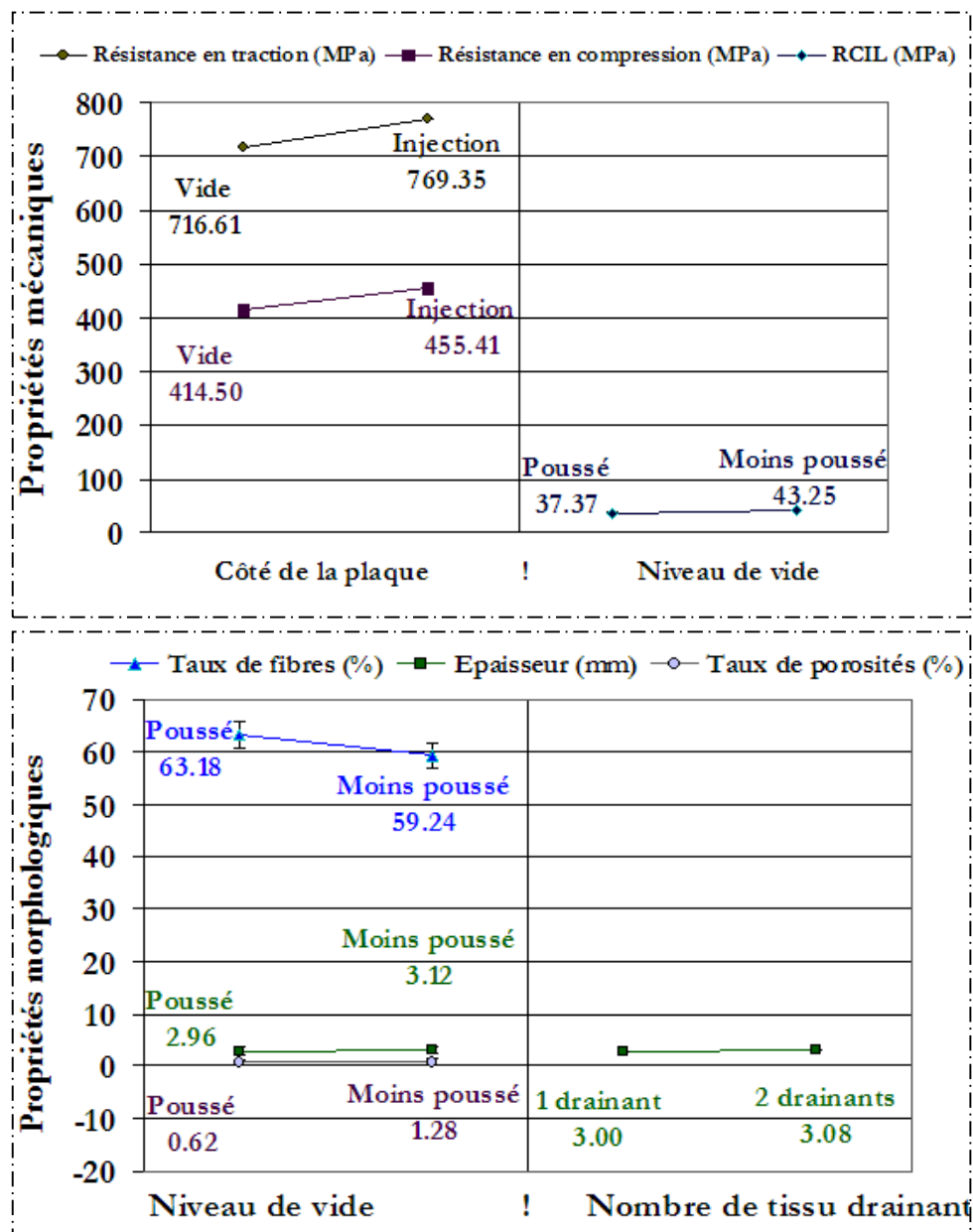


Figure 2.11 : Effets de la configuration du procédé sur les propriétés mécaniques (dessus) et les propriétés morphologiques (dessous) des stratifiés infusés

La figure 2.11 et les analyses statistiques des résultats montrent qu'une plaque structurale se trouvant pendant le processus de fabrication du stratifié du côté injection de résine a une résistance maximale à rupture supérieure de 7.10% en traction et de 9.41% en compression par rapport à une autre placée du côté aspiration du vide. Le niveau de vide atteint dans la cavité au cours du processus de fabrication par infusion de résine liquide provoque des variations de la RCIL, du taux de fibres, du taux de porosités et de l'épaisseur de la structure stratifiée infusée. Ainsi, les structures fabriquées avec des niveaux de vide poussés pendant l'infusion et la cuisson de la résine ($N_v \leq 1.3 \text{ mbar}$), c'est à dire avec un

niveau de variation de ce paramètre bas (à -1 dans les équations), ont une RCIL faible (Eq. 2.4), un taux de fibres élevé (Eq. 2.6), un bas taux de porosités (Eq. 2.7) et une épaisseur du stratifié faible (Eq. 2.8).

Le taux volumique de fibres d'un stratifié infusé non cousu fabriqué avec un niveau de vide poussée est donc en moyenne meilleur de 3.94% et son taux volumique de porosités est plus faible statistiquement de 0.66% par rapport à un stratifié infusé avec un niveau de vide moins poussé (Eq. 2.6 et 2.7). La première conclusion de l'analyse statistique de l'influence des paramètres liés à la configuration du procédé est qu'« un bon niveau de vide entraîne des propriétés morphologiques meilleures (V_p , V_f et h) comme cela peut se voir à la figure 2.11. En plus de cela, il assure la stabilité de la qualité du stratifié tout au long de la structure avec des teneurs en porosités du composite globalement inférieur à 1% (figure 2.12) et des fractions volumiques de fibres en moyenne égale à 62% (tableau 2.5).

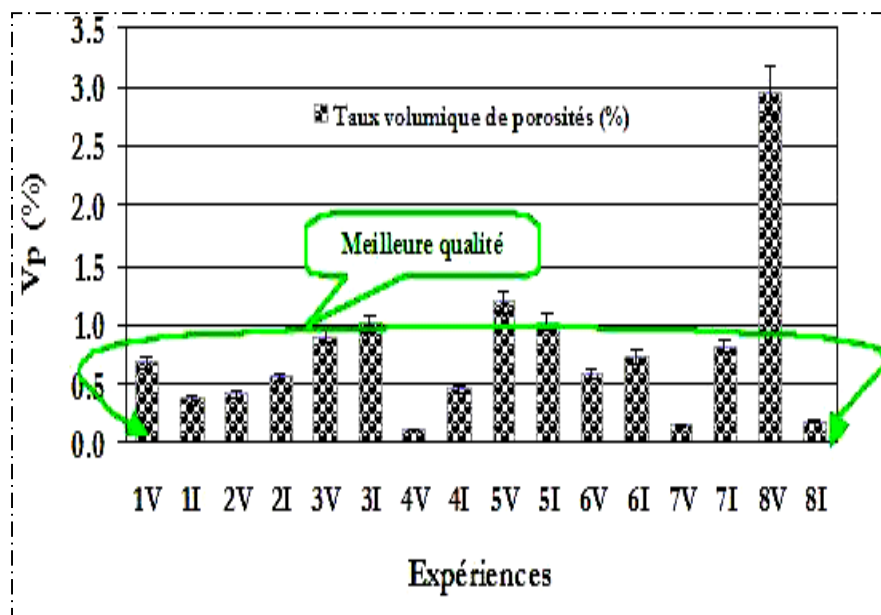


Figure 2.12 : Qualité des stratifiés infusés non cousus en fonction du taux de porosités

Notons qu'en dehors des pièces de l'expérience 8V qui sont en principe rebutées après fabrication car elles ne présentent pas des propriétés morphologiques tolérables pour des structures aéronautiques, toutes les pièces des autres expériences sont de bonne qualité ($V_p \leq 1\%$ et $V_f > 60\%$). D'où la possibilité de garantir de la qualité des stratifiés fabriqués par infusion de résine liquide pour des applications aéronautiques.

En revanche, les résultats statistiques ont montré que l'épaisseur du stratifié varie de 2.96 mm à 3.12 mm d'un niveau de vide poussé à un niveau de vide moins poussé. La RCIL pour l'effet du même paramètre est faible de 5.88 MPa entre ses deux niveaux de variation. La RCIL et le niveau de vide sont liés par l'intermédiaire de l'épaisseur de la structure fabriquée (figure 2.9, 2.11 et 2.13). En effet, l'épaisseur a une influence très significative sur la RCIL. La figure 2.13 illustre l'augmentation de la RCIL avec l'épaisseur qui dépend naturellement du nombre de couches de NCF. Sur cette figure sont représentées les variations associées à tous les facteurs. Il s'agit des données expérimentales et des données prédites par le modèle entre la RCIL et l'épaisseur. C'est la prévision du modèle qui donne l'allure générale de la variation de la RCIL en fonction de l'épaisseur. Cette allure croissante de la RCIL avec l'épaisseur n'est pas tout à fait triviale du point de vu mécanique. Le contraire serait plutôt attendu. Ce qui nous suggère que ce résultat serait vraisemblablement dû à un effet d'éprouvette.

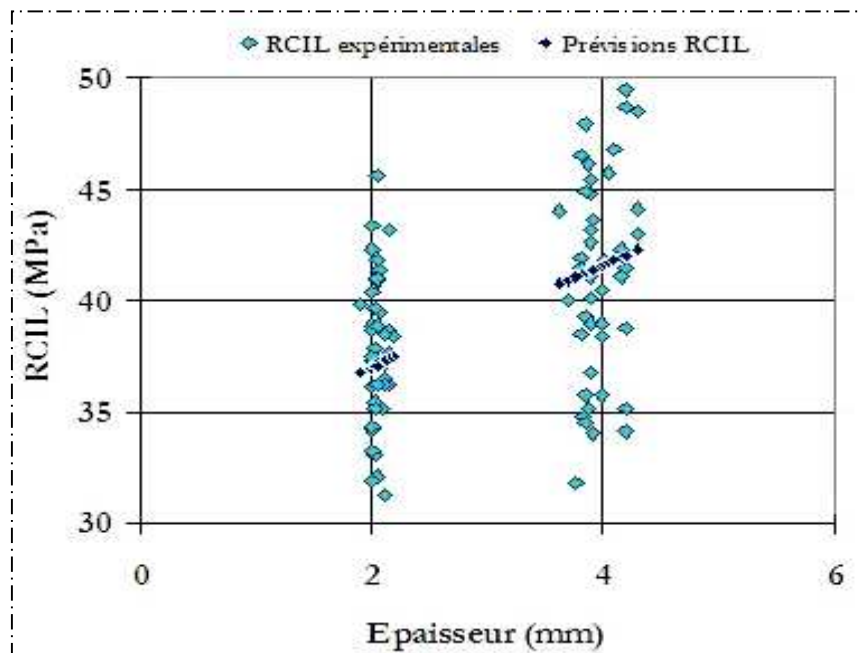


Figure 2.13 : Variation de la résistance au cisaillement interlaminaire en fonction de l'épaisseur

On constate aussi par analyse statistique que le passage d'une couche de tissu drainant à deux au cours de la fabrication crée une augmentation de l'épaisseur de la pièce de 0.08 mm , soit 2.9% de variation par rapport à la moyenne prédite du plan. Cet effet du tissu drainant couplé à l'effet précédant du nombre de NCF sur l'épaisseur est confirmé par l'influence très significative qu'à l'interaction entre ces deux paramètres sur l'épaisseur. L'interaction entre le nombre de NCF et de tissu drainant a aussi un effet très significatif sur le taux de fibres.

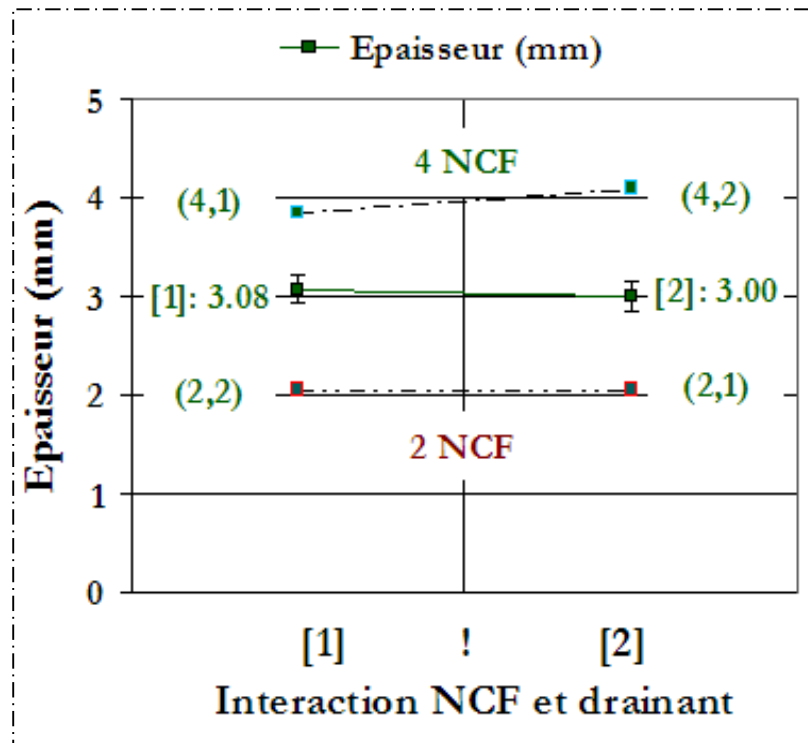


Figure 2.14 : Effet de l'interaction NCF et tissu drainant sur l'épaisseur

En effet, l'épaisseur d'une pièce stratifiée infusée ne varie pas de la même manière lors du passage de 2 NCF à 4 NCF avec 1 ou 2 tissus drainants (figure 2.14). Dans l'expression linéaire donnée par le modèle (Eq. 2.8), la tendance générale de l'effet de l'interaction sur l'épaisseur est une diminution de 0.08 mm de la configuration de l'interaction [1] : [(4,1) ; (2,2)], à la configuration de l'interaction [2] : [(4,2) ; (2,1)]. (4,1) signifie ici 4 NCF et 1 drainant. On peut observer à la figure 2.14 que l'épaisseur est en moyenne plus élevée dans les stratifiés fabriqués à l'aide de 4 NCF et 2 tissus drainants. Il y aurait sans doute un problème de compaction lorsqu'on utilise 2 tissus drainants. Pendant la mise sous vide de l'ensemble, il est donc plus difficile de comprimer 4 NCF et 2 drainants que 4 NCF et 1 drainant. Cela explique les différences de niveaux de vide trouvés pour ces configurations et nous éclaire sur cette augmentation de l'épaisseur avec l'interaction. Lorsqu'il s'agit de 2 NCF, cet effet semble négligeable d'après les statistiques.

La figure 2.15 présente les résultats moyens de l'analyse statistique des effets de l'interaction entre le nombre de NCF et de tissu drainant sur la fraction volumique de fibres des stratifiés infusés. L'utilisation de 2 NCF ou 4 NCF avec 1 ou 2 tissus drainants ne provoque pas la même variation du taux de fibres d'une pièce stratifiée infusée. Selon l'équation 2.6, la tendance générale due à l'interaction est une diminution de 2.20% du taux de fibres entre les configurations [1] et [2] de l'interaction. Les stratifiés fabriqués à l'aide de 4 NCF et 2 tissus drainants ont donc en moyenne des taux de fibres les plus faibles. Ces deux résultats de l'effet de l'interaction donnent une bonne corrélation avec ce qui est

attendu. Les résultats sont donc logiques étant donné le lien qui existe entre le taux de fibres, le taux de résine ou matrice et le taux de porosités par le pourcentage globale de matière dans un composite⁵. Il est clair que le taux de fibres diminue en moyenne lorsque le taux de porosités et l'épaisseur du stratifié augmentent.

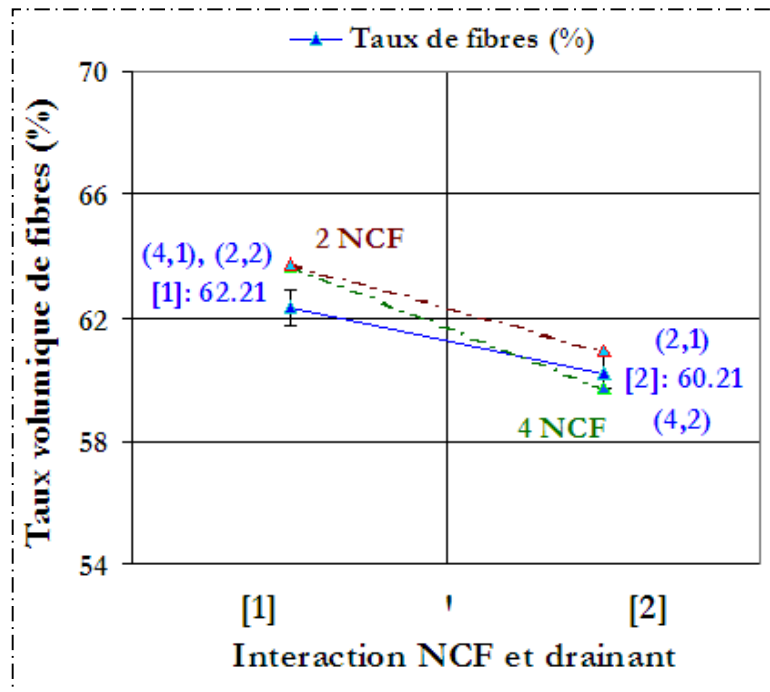


Figure 2.15 : Effet de l'interaction NCF et tissu drainant sur le taux volumique de fibres

II.2.2.3 Influence des températures du procédé

Les températures utilisées lors de la fabrication des stratifiés par infusion de résine, la *température du moule, d'injection et de cuisson* de résine, sont des paramètres dont l'analyse statistique a révélé des effets d'influences significatives sur chacune des propriétés morphologiques des stratifiés (voir tableau 2.6 et Eq. 2.5 à 2.8).

La température du moule a une influence très significative lorsqu'elle augmente de 100°C à 120°C , sur le taux de fibres (V_f) qui baisse de 1.38% et sur l'épaisseur (b) qui augmente de 0.10 mm . Elle influence de manière significative le taux de porosités en provoquant une croissance de V_p de 0.38% lorsqu'elle augmente. V_f croient également de 1.36% avec un effet très significatif lorsque la température d'injection passe de 60°C à 80°C . La température de cuisson de la résine a des effets très significatifs sur la T_g , V_p et b lorsqu'elle passe de 160°C à 180°C . La T_g et l'épaisseur augmentent respectivement d'environ 16.20°C ($+10\%$) et de 0.04 mm ($+1.3\%$) lorsque la température de cuisson passe de son niveau de variation bas à son niveau haut. Cette température de cuisson provoque une

⁵ Voir annexe A.3

croissance de 0,42% du taux de porosités dans le composite infusé lorsqu'elle augmente de 160°C à 180°C.

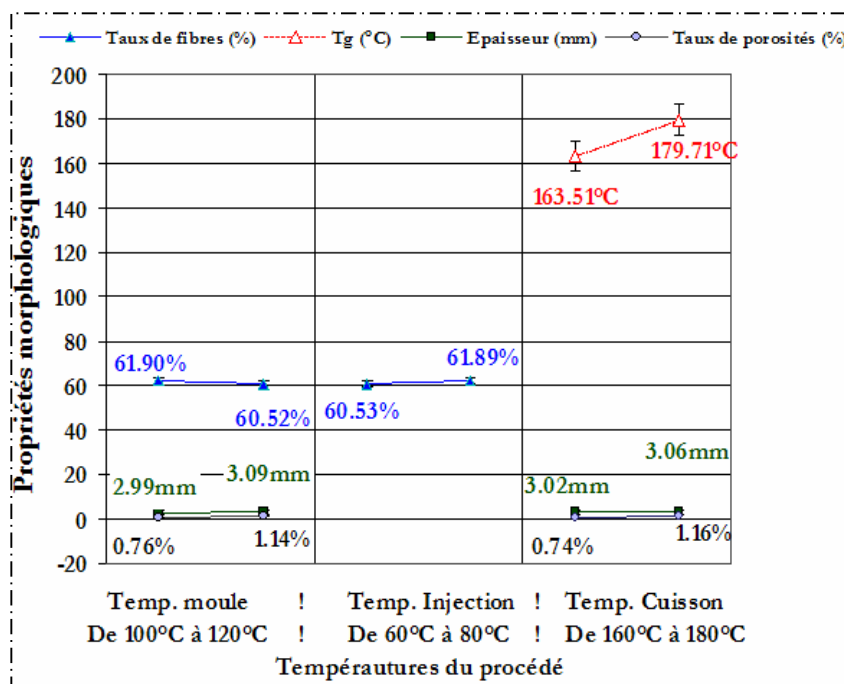


Figure 2.16 : Effets des températures du procédé sur les propriétés morphologiques

Les résultats de l'analyse statistique de l'effet des températures du procédés sur les propriétés des stratifiés infusés de carbone NCF et d'époxy RTM 6 montrent une influence sur les caractéristiques morphologiques de ce matériau. La température de transition vitreuse augmente avec la température de cuisson de la résine, ce qui est normal car la Tg est fonction du degré de polymérisation de la résine et augmente lorsque la résine est réticulé à température élevée. Les résultats prouvent entre autre qu'une hausse de température est globalement néfaste pour le taux de porosités du matériau. Par la figure 2.16 l'on peut aussi constater que pour des différences importantes de valeurs entre les températures de moule et d'injection (60°C), le taux volumique de fibres des stratifiés infusés est faible. Une bonne combinaison entre ces deux températures améliorerait la qualité des stratifiés infusés. Avec une température de moule de 100°C et une température d'injection de 80°C par exemple, le taux de porosités dans le stratifié serait donc réduit ($V_p < 1\%$) et l'on aurait des taux de fibres de l'ordre de 62%. Ainsi, la qualité de la structure respecterait les normes aéronautiques.

Une corrélation entre les effets de la température du moule et de la température de cuisson sur l'épaisseur et le taux volumique de porosités prouve que dans la plus part des cas, les stratifiés infusés avec des épaisseurs élevées sont plus susceptibles d'avoir des taux de porosités élevés. Cette explication se complète par la difficulté de réticulation des stratifiés de grande épaisseur (résultat de l'effet de l'épaisseur sur la Tg). Si à tout ceci s'ajoute le facteur compaction tel qu'il a été vu au paragraphe précédent dans l'interaction en fonction du nombre de couche de tissu drainant utilisé, le mécanisme de

formation des porosités à l'intérieur d'un stratifié tel qu'expliqué dans la partie I.3.3 de l'étude bibliographique est donc le plus favorable dans ce cas. Il y a la combinaison de plusieurs phénomènes : l'emprisonnement des bulles d'air du à la mauvaise compaction de l'ensemble constitué de tissus drainants et préforme, en plus de l'expansion de ces bulles par des montées en températures. Ceci explique donc les valeurs de taux de porosités élevés mesurées à la condition de fabrication 15 qui regroupe les trois paramètres procédés cités ci dessous à leur niveau de variation haut qui est néfaste pour la qualité de la pièce. Des explications complémentaires de ce phénomène liées au côté de la plaque seront données à la partie analyse microscopique.

II.2.2.4 Synthèse de l'analyse statistique

L'analyse statistique des résultats de caractérisation des stratifiés en préforme de carbone NCF non cousus et de résine époxy RTM 6 fabriqués par infusion de résine liquide a consisté à obtenir à l'aide des calculs multilinéaires les expressions des propriétés selon des modèles réduits. Ces modèles comportent uniquement les paramètres procédés jugés influents avec des effets très significatifs (TS) ou significatifs (S) par l'augmentation (+) ou la diminution (-) du résultat. Les tableaux 2.7 et 2.8 font une synthèse des paramètres trouvés influents et donnent les valeurs prédites moyennes des propriétés mécaniques et morphologiques des stratifiés infusés à chaque niveau de variation de ces paramètres.

Tableau 2.7 : Prédiction des valeurs moyennes des propriétés mécaniques en fonction des paramètres influents

Paramètres procédés		Niveau de variation	Propriétés mécaniques					
			σ_t (MPa)	Ecart type (σ_t)	σ_c (MPa)	Ecart type (σ_c)	τ_{max} (MPa)	Ecart type (τ_{max})
Nature de la préforme	Nombre de NCF (N_{NCF})	2					38.91	0.81
		4					41.71	2.09
Configuration du procédé	Nombre de tissu drainant (N_{td})	1						
		2						
	Côté de plaque (C_p)	Vide	716.61	0 ,01	414.50	0,03		
		Injection	769.35	0,02	455.41	0,01		
	Niveau de vide (N_v)	Poussé					37.37	1.18
		Moins poussé					43.25	2.33
Températures du procédé	Température du moule (T_m)	100°C						
		120°C						
	Température d'injection (T_i)	60°C						
		80°C						
	Température de Cuisson (T_c)	160°C						
		180°C						
Interaction entre NCF et tissu drainant ($Int_{NCF}; t_d$)		1						
		2						
Constante (moyenne statistique)			742.98		434.95		40.31	

Tableau 2.8 : Prédiction des valeurs moyennes des propriétés morphologiques en fonction des paramètres influents

Paramètres procédés		Niveau de variation	Propriétés morphologiques							
			T _g (°C)	Ecart type (T _g)	V _f (%)	Ecart type (V _f)	V _p (%)	Ecart type (V _p)	h (mm)	Ecart type (h)
Nature de la préforme	Nombre de NCF (N _{NCF})	2	180.13	8.37					2.10	0.01
		4	163.09	8.37					3.98	0.16
Configuration du procédé	Nombre de tissu drainant (N _{td})	1							2.95	0.90
		2							3.07	1.04
	Côté de plaque (C _p)	Vide								
		Injection								
	Niveau de vide (N _v)	Poussé			63.18	2.64	0.62	0.23	2.36	0.80
		Moins poussé			59.24	2.48	1.28	0.52	3.12	0.86
Températures du procédé	Température du moule (T _m)	100°C			61.90	1.68	0.76	0.31	2.99	0.92
		120°C			60.52	3.12	1.14	0.41	3.09	1.02
	Température d'injection (T _i)	60°C			60.53	2.52				
		80°C			61.89	1.32				
	Température de Cuisson (T _c)	160°C	163.51	8.80			0.74	0.41	3.02	0.92
		180°C	179.71	8.80			1.16	0.48	3.06	1.02
Interaction entre NCF et tissu drainant (Int NCF ; t _d)		1			62.21	0.88			3.08	0.26
		2			60.21	2.17			3.00	0.51
Constante (moyenne statistique)			171.61		61.21		0.95		3.04	

Les groupes de paramètres « *nature de la préforme* » et « *configuration du procédé* » ont de l'influence sur les deux types de propriétés des stratifiés tandis que les « *températures du procédé* » influencent uniquement sur ses propriétés morphologiques. L'*interaction entre le nombre de couches de carbone NCF et le tissu drainant* a aussi des effets uniquement sur certaines propriétés morphologiques des stratifiés infusés à savoir l'épaisseur et le taux volumique de fibres. Il influence aussi sur le taux volumique de porosités par l'intermédiaire de la compaction due à l'effet du niveau de vide sur le taux volumique de fibres et l'épaisseur de la pièce. Mais il n'est pas représenté dans le modèle réduit de V_p car son effet est noyé par les autres paramètres qui sont les plus influents tels que le niveau de vide et les températures lorsqu'ils prennent en compte les valeurs les plus élevées de porosités du plan.

II.2.3 Analyse microscopique des stratifiés infusés non cousus

Cette analyse permet d'avoir un regard sur la santé matière des stratifiés infusés non cousus. Elle a pour but de comparer des observations microscopiques la microstructure de chaque stratifié pour les différentes conditions de fabrication faites, afin de faire apparaître une corrélation avec les résultats de l'analyse statistique. Les observations sont faites en surface des coupes de l'épaisseur des échantillons stratifiés à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB)⁶.

Les observations et les comparaisons sont faites en mettant en évidence :

- ✓ La contenance et la localisation des poches de résine ;
- ✓ La taille des porosités : petites ou micros porosités ($\phi < 50 \mu m$), grosses ou macros porosités ($\phi > 50 \mu m$) ;
- ✓ La forme des porosités : cylindrique ou irrégulière ;
- ✓ Le nombre et la localisation des porosités : dans la matrice, dans les mèches ou de transition (entre les deux).

a) Des *poches de résine* sont présentes sur tous les stratifiés à l'interface de séparation des couches de NCF du stratifié. Ces poches se situent en grande partie sur le plan médian des pièces et sont plus prononcées pour 4 couches de NCF (figure 2.17). Les poches de résine entraînent une augmentation du taux volumique de résine V_r , ce qui engendre une diminution du taux volumique de fibres V_f ⁷. Cette remarque explique et confirme les résultats de l'analyse statistique et ceux attendus. V_f diminue effectivement lorsque l'épaisseur augmente.

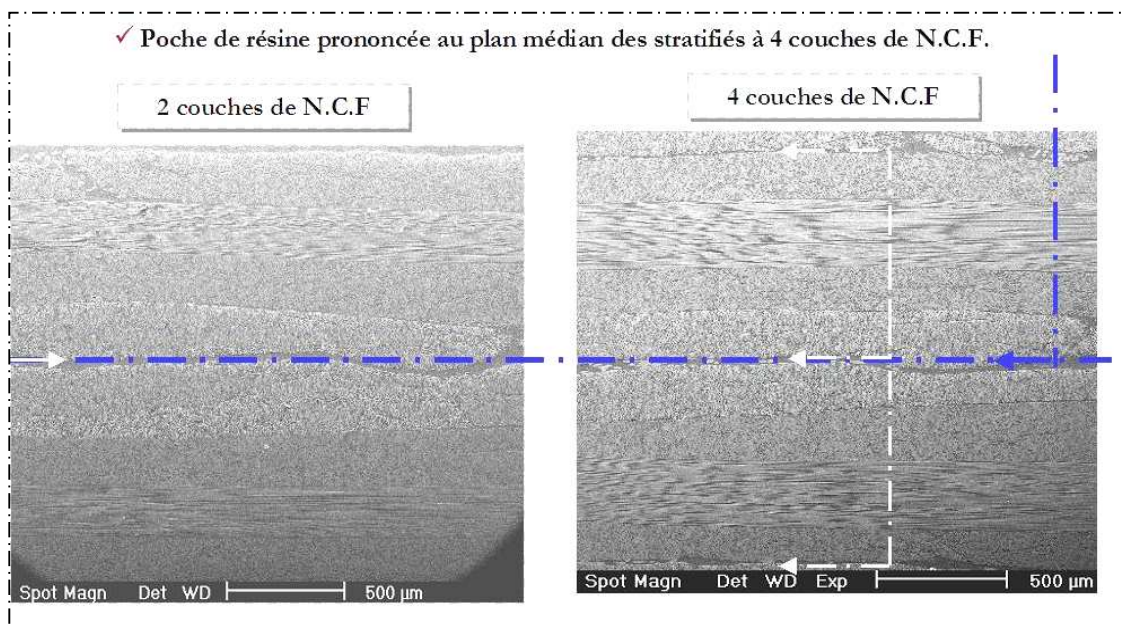


Figure 2.17 : Formation des poches de résine dans les stratifiés infusés

⁶ Voir annexe 4 partie A.4.2 pour plus de détails sur la méthode d'observations

⁷ Voir annexe 3 partie A.3.1 pour le calcul du taux volumique de fibres

b) L'analyse microscopique de *la localisation, la taille et la forme des porosités* est faite en mettant en exergue dans un premier temps les paramètres trouvés statistiquement influents sur le taux volumique de porosités V_p . Ces paramètres procédés sont trouvés selon l'ordre d'influence suivant : *la température de cuisson, le niveau de vide, et la température de moule*. L'interaction entre le nombre de NCF et de tissu drainant a été trouvée comme ayant aussi une influence implicite en fonction des autres paramètres. Pour éviter de jumeler les effets des uns et des autres de ces paramètres lors de l'analyse de la microstructure, les comparaisons sont effectués sur des stratifiés issus de minimum deux conditions de fabrication différentes avec au minimum deux paramètres fixés au même niveau de variation pour toutes les conditions choisies. Par exemple, les stratifiés issus de toutes les conditions du couple de paramètres influents « *niveau de vide poussé ($Nv \leq 1.3 \text{ mbar}$) et interaction (Int_{NCF, t_d}) à son niveau de variation [1]* » sont analysés⁸. L'effet des températures du procédé en général sur la formation de porosités à l'intérieur du matériau est aussi exploré.

Dans les conditions de fabrication [$Nv = \text{poussé}, Int_{NCF, t_d} = 1$], le plan d'expériences (tableau 2.1) présente trois couples (V et I) d'expériences (1, 3 et 5) dont les stratifiés peuvent être comparés. Les observations des coupes des stratifiés issus de ces conditions montrent quelques différences de leur santé matière (figure 2.18) au niveau de la taille et de la forme des porosités lorsqu'il y a changement de la température d'injection (pas de différence prononcée entre les expériences 3 et 5). Les stratifiés fabriqués avec un niveau de vide poussé et des températures d'injection faibles ($T_i = 60^\circ\text{C}$) ont des micros porosités. Elles sont très peu visibles, de petites tailles ($\phi \approx 2 \mu\text{m}$) et de formes cylindriques. Les stratifiés fabriqués avec des températures d'injection élevées possèdent par contre quelques macros porosités visibles aux interfaces inter plis.

⁸ Voir tableau 2.1 pour les différentes conditions de fabrication : plan d'expériences

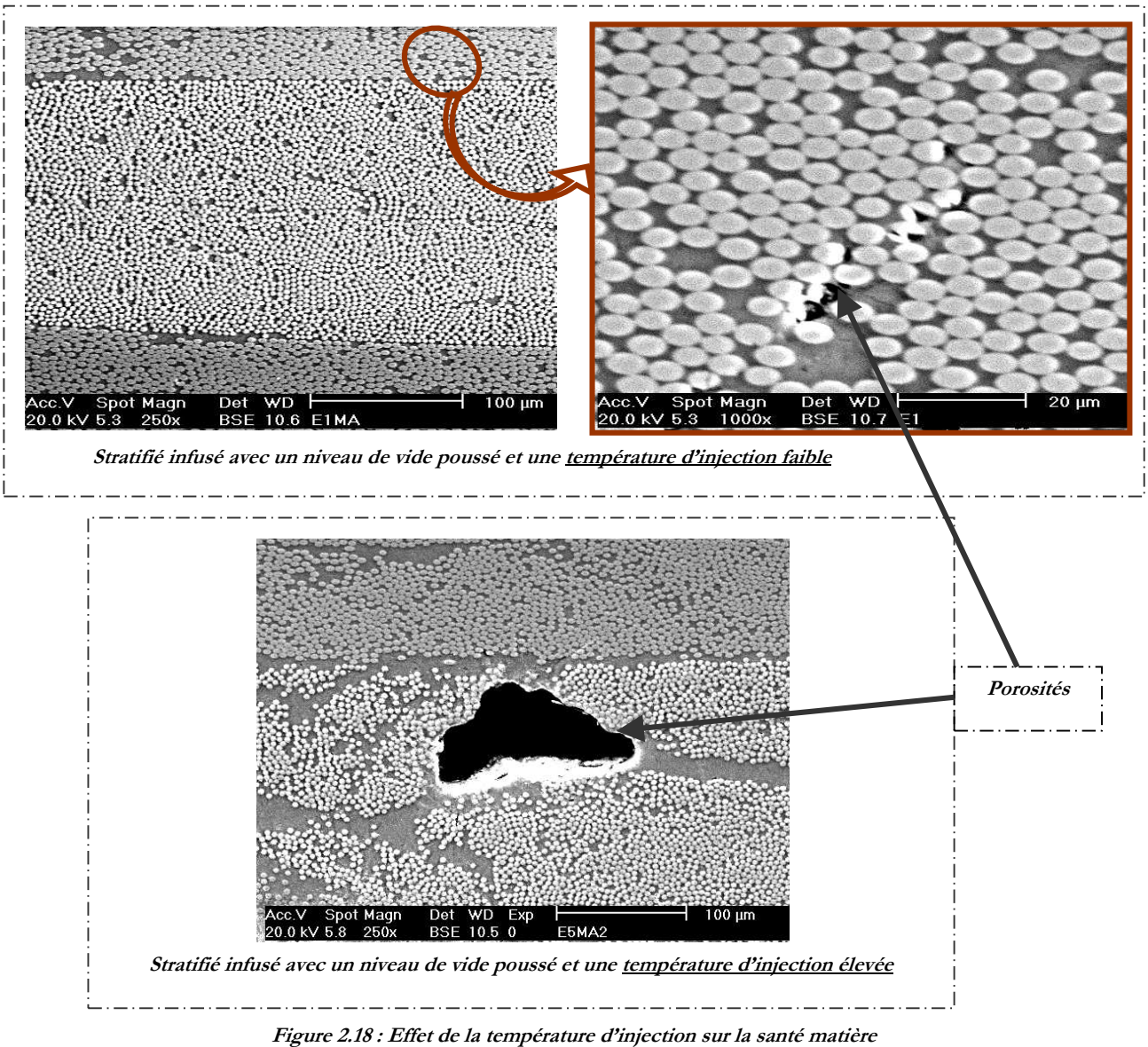


Figure 2.18 : Effet de la température d'injection sur la santé matière

En mettant en avant les températures du procédé et en l'occurrence la température du moule et la température de cuisson, quatre couples de configurations sont possibles : $[T_m = 100^\circ\text{C}, T_c = 160^\circ\text{C}]$: expériences 4 et 7 ; $[T_m = 100^\circ\text{C}, T_c = 180^\circ\text{C}]$: expériences 2 et 5 ; $[T_m = 120^\circ\text{C}, T_c = 160^\circ\text{C}]$: expériences 1 et 6 ; $[T_m = 120^\circ\text{C}, T_c = 180^\circ\text{C}]$: expériences 3 et 8. L'on trouve une différence remarquable entre ces configurations dans la plupart des cas lorsque ces deux températures sont à leur niveau haut. Pour cela, deux cas de figures se présentent : les expériences avec une température d'injection élevée et les expériences avec une interaction au niveau de variation [2]. L'on retrouve donc les stratifiés issus des configurations $[T_m = 120^\circ\text{C}, T_c = 180^\circ\text{C}]$ qui, selon l'analyse statistique, ont des taux de porosités les plus élevés ($V_p > 1\%$, figure 2.16). Il y a donc un effet remarquable de la température du moule et de la température de cuisson sur la santé matière des stratifiés infusés. En fait, les observations (figure 2.19) montrent que les porosités sont plus visibles ($\phi \approx 30 \mu\text{m}$) et se forment

généralement dans les zones riches en résine (porosité matricielle) des stratifiés infusés avec des températures de moule élevées. Ce qui n'est pas le cas des stratifiés fabriqués avec des températures de moule basses qui présentent des porosités moins visibles ($\phi \approx 2.5 \mu m$) se trouvant généralement dans les mèches.

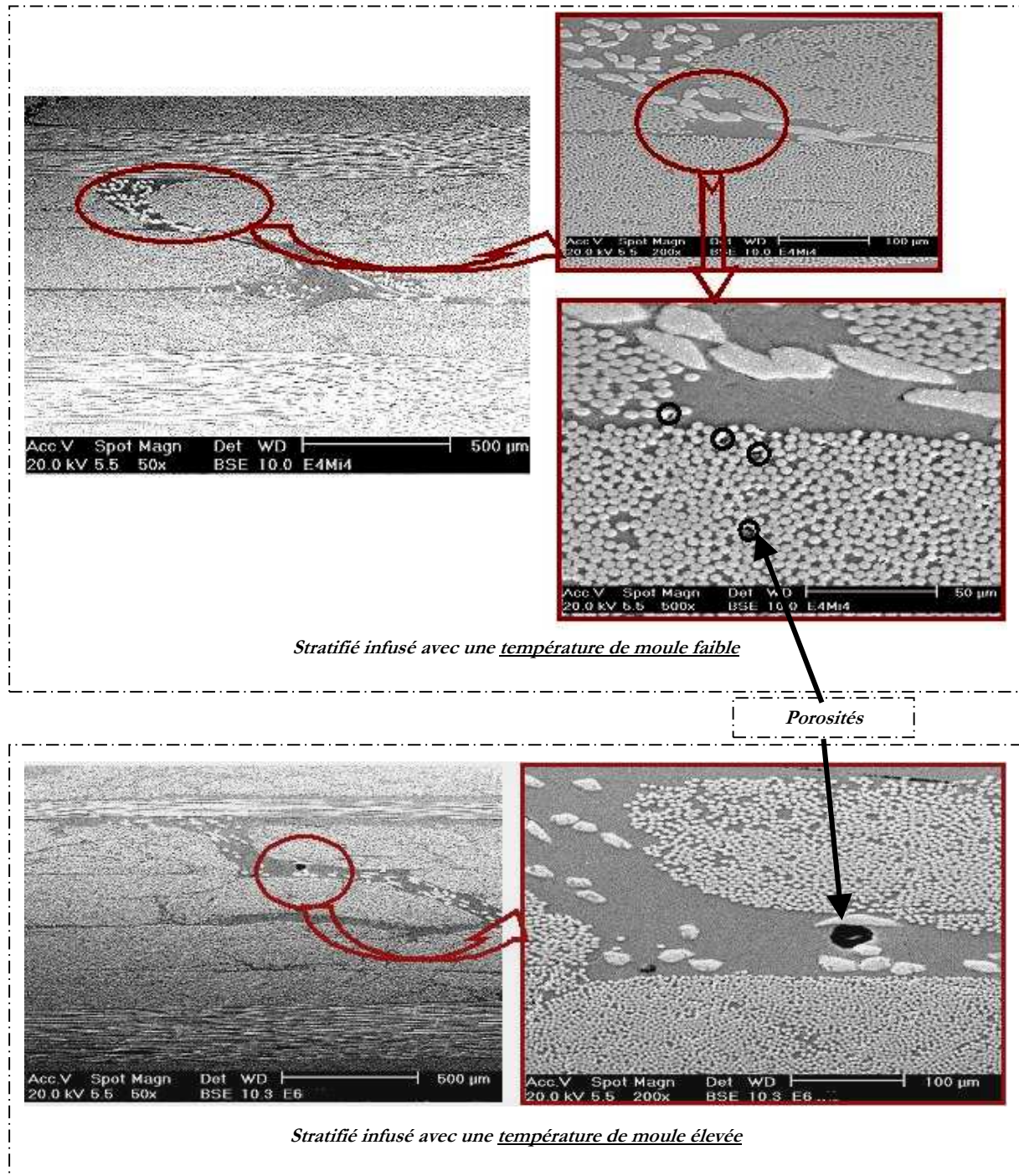


Figure 2.19 : Effet de la température de moule sur la santé matière

Les stratifiés fabriqués avec des températures de cuisson élevées présentent plusieurs macros porosités de formes complexes et irrégulières avec des grosses tailles de diamètres moyens de l'ordre de $100\ \mu m$. Ces porosités se situent généralement (figure 2.20) dans les parties riches en résine et dans les parties de transition (zones riches en résine et en fibres). Par contre, les stratifiés cuits avec des températures de cuisson basses ($160^{\circ}C$) ont des porosités de tailles moins grosses ($\phi \approx 20\ \mu m$) qui se situent dans les parties matricielles et d'autres plus petites ($\phi \approx 4\ \mu m$) se trouvant dans les zones riches en fibres. Elles sont généralement toute de forme cylindrique et régulière.

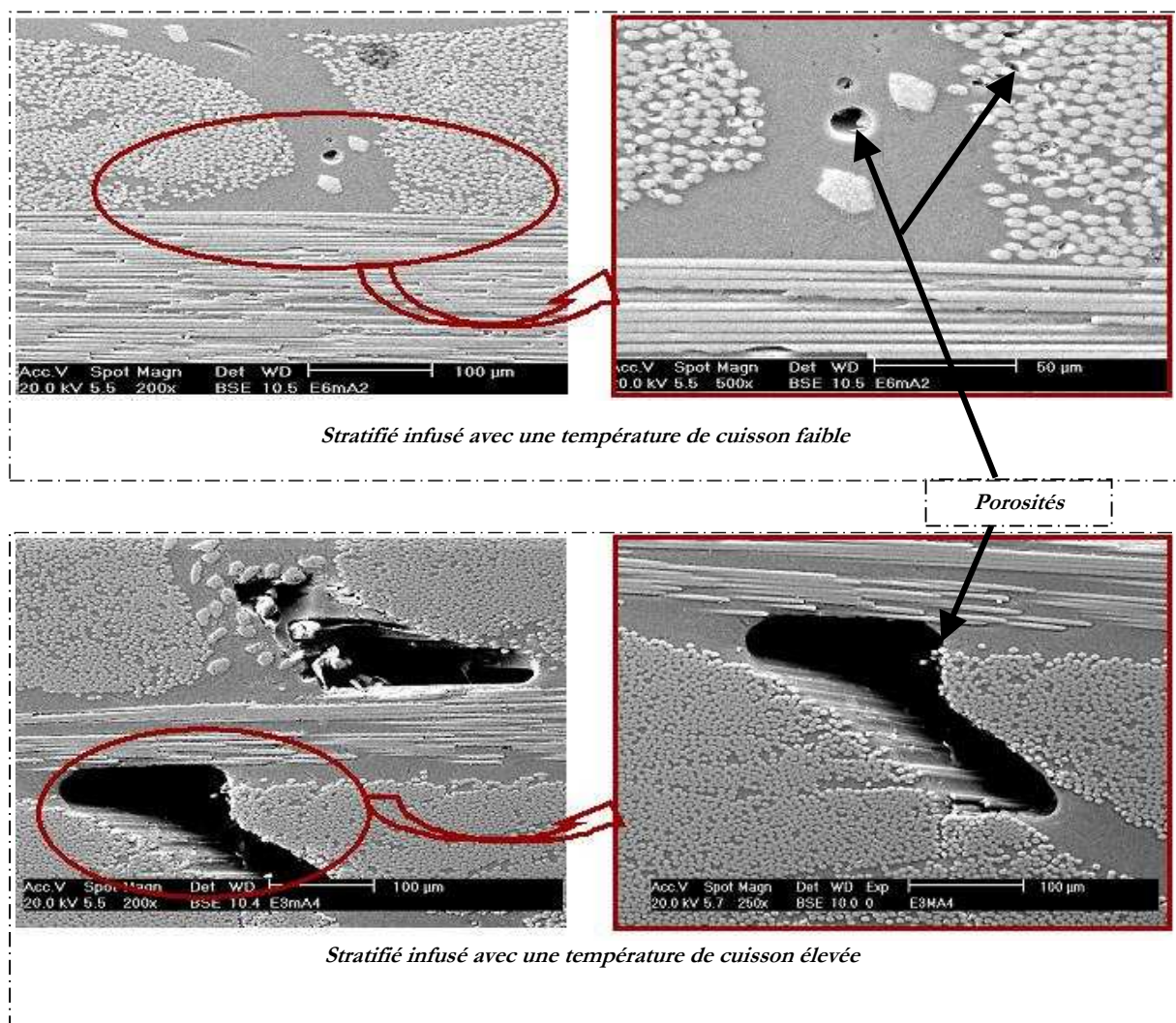


Figure 2.20 : Effet de la température de cuisson sur la santé matière

c) Des observations générales supplémentaires de toutes les coupes de stratifiés ont permis de trouver des effets liés au *côté de la plaque* sur leur santé matière. En fait, de manière générale, les porosités qui se trouvent du côté injection de résine sont de type micros et se situent dans les mèches (petites tailles : $\phi \approx 4\ \mu m$). Par contre, la formation de ces porosités dans les stratifiés du côté aspiration de vide se fait en grande partie dans les poches de résine (matrice). Ce sont des macros porosités dans la

plupart des cas. Elles sont grosses, de formes complexes et irrégulières (figure 2.21). C'est ce type de porosités qui est prioritairement rencontré dans les plaques de l'expérience 8V et en grand nombre. Ceci explique son taux de porosités très élevée par rapport à l'expérience 8I et la plus élevée de tout le plan d'expériences.

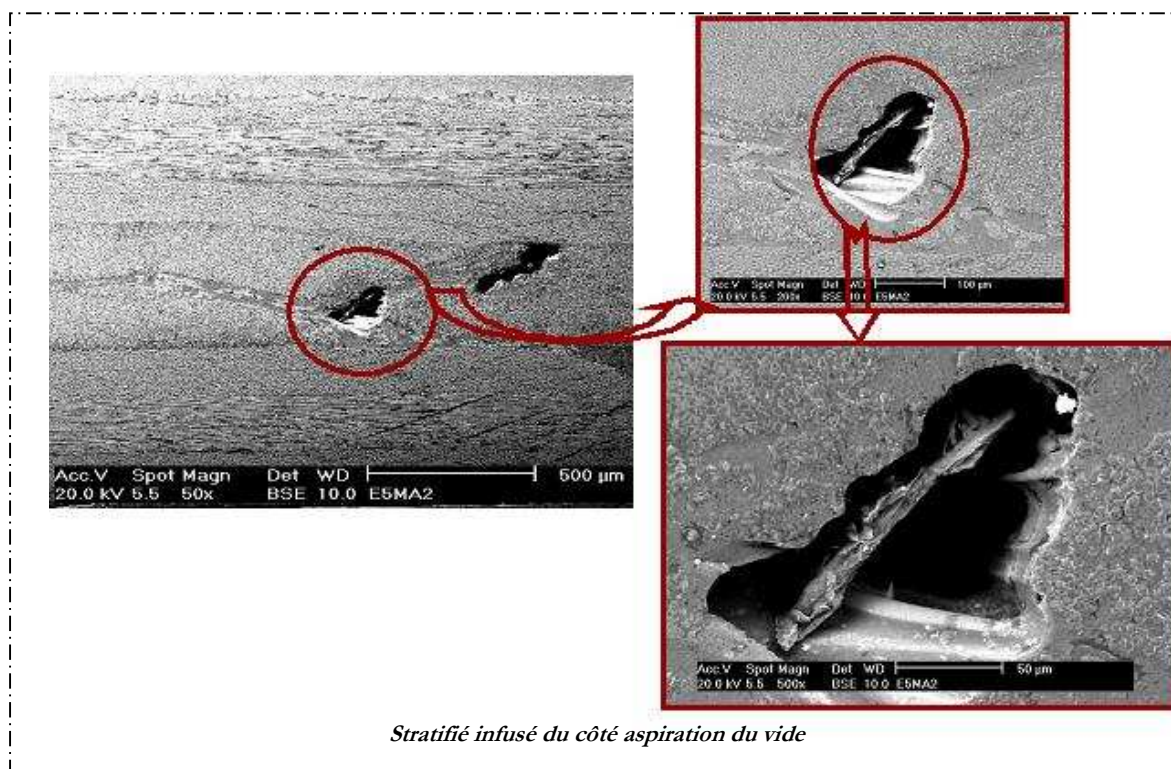
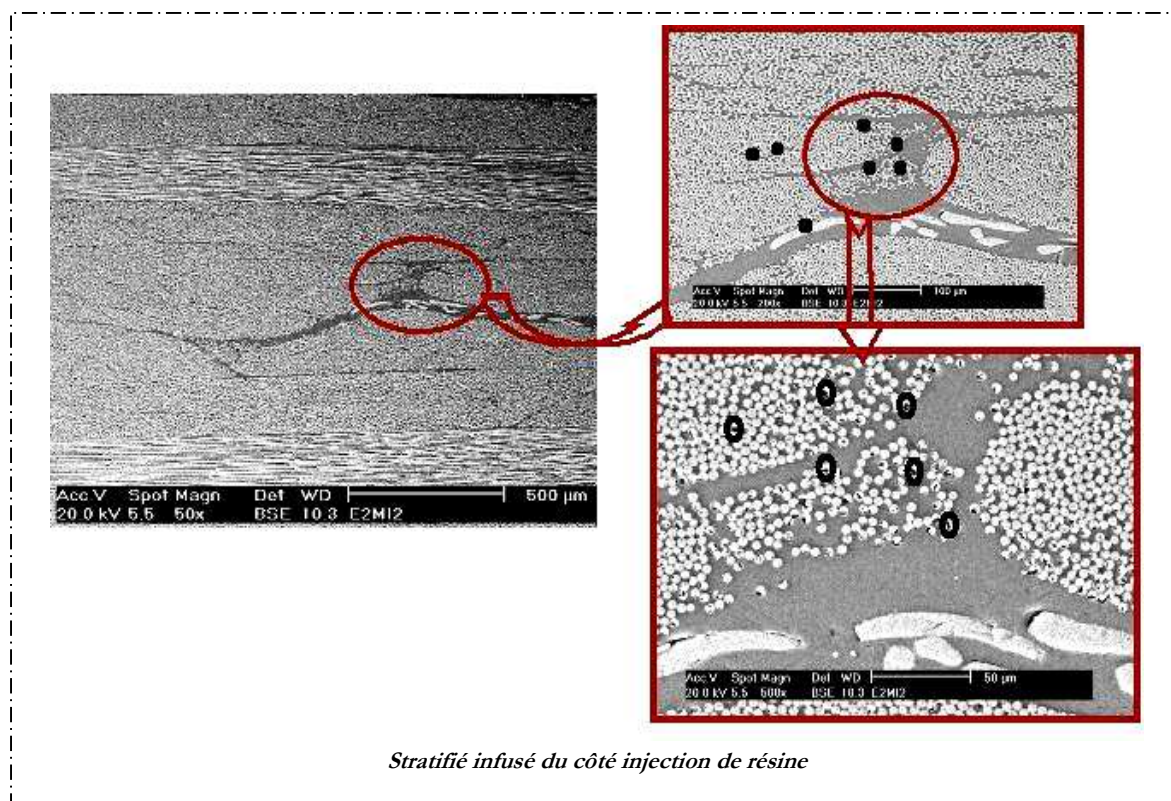


Figure 2.21 : Effet du côté de la plaque sur la santé matière

Cette analyse de la santé matière des stratifiés infusés non cousus par des observations microscopiques a permis de comprendre certains résultats statistiques trouvés précédemment. L'existence des poches de résine entre les couches des préformes et surtout dans les plans médians explique la différence sensible de l'épaisseur entre les stratifiés à 4 NCF. ***Les stratifiés plus comprimés*** (niveau de vide bas et 1 tissu drainant) au cours du l'infusion ***ont des pièces moins épaisses*** que ceux dont la compaction a été plus difficile à réaliser. Ainsi leurs ***taux volumiques de fibres sont plus élevés***. Les différences de tailles, de formes et de localisation des porosités dues aux températures du procédé prouvent que ***ces températures portent préjudice à la santé matière des stratifiés infusés lorsqu'elles sont élevées en favorisant l'expansion des vides à l'intérieur du matériau***. Elles permettent ainsi de pouvoir synthétiser cette partie en terme d'influence de la santé matière sur les propriétés mécaniques des stratifiés infusés non cousus.

II.2.4 Effets de la santé matière sur les propriétés mécaniques

L'observation de la microstructure des stratifiés infusés a permis d'analyser sa santé matière. Après cette analyse et les conclusions qui en ont découlées, il nous paraît important de rappeler quelques aspects de la théorie de l'infusion de résine liquide vue plus en détail à la troisième partie de l'étude bibliographique. Nous savons que l'infiltration de la résine dans la préforme fibreuse se fait à travers des espaces macroscopiques se trouvant entre les mèches et des espaces microscopiques entre les fibres. Nous avons expliqué comment la formation des porosités dans le matériau dépend de la vitesse moyenne d'avancée de la résine dont découle plusieurs autres facteurs (loi de Darcy : Eq 1.1). Le taux et la taille de porosités présentes dans le stratifié dépendent donc de cette vitesse.

Comme observé dans l'analyse de la santé matière, il existe des grosses ou macros porosités et des petites ou micros porosités. Les macros porosités se forment lorsque la vitesse de la résine est faible, donc vers le point d'aspiration du vide, et les micros porosités sont proches du point d'injection de la résine où la vitesse est plus élevée. Entre ces deux points, il y a une vitesse optimum où les porosités produites sont réduites. La fabrication des stratifiés infusés s'est faite dans l'objectif d'assurer la qualité des pièces finales en minimisant le taux de porosités ($V_p \text{ moyen} \approx 1\%$). Malgré cela, l'on a toujours pu observer par microscopie et distinguer par calcul les taux de macros et de micros porosités. Les taux de macros porosités qui se sont formés aux vitesses inférieures de la vitesse optimum et les taux de micros porosités à des vitesses supérieures ont été représentés. Ces deux représentations forment un profil en « V » de part et d'autre de la vitesse optimum (figure 2.22). La vitesse d'avancée de la résine a été calculée en plusieurs points tout au long du remplissage en fonction du temps de passage, de la distance de ces points au point d'injection, et des conditions de température (viscosité de la résine).

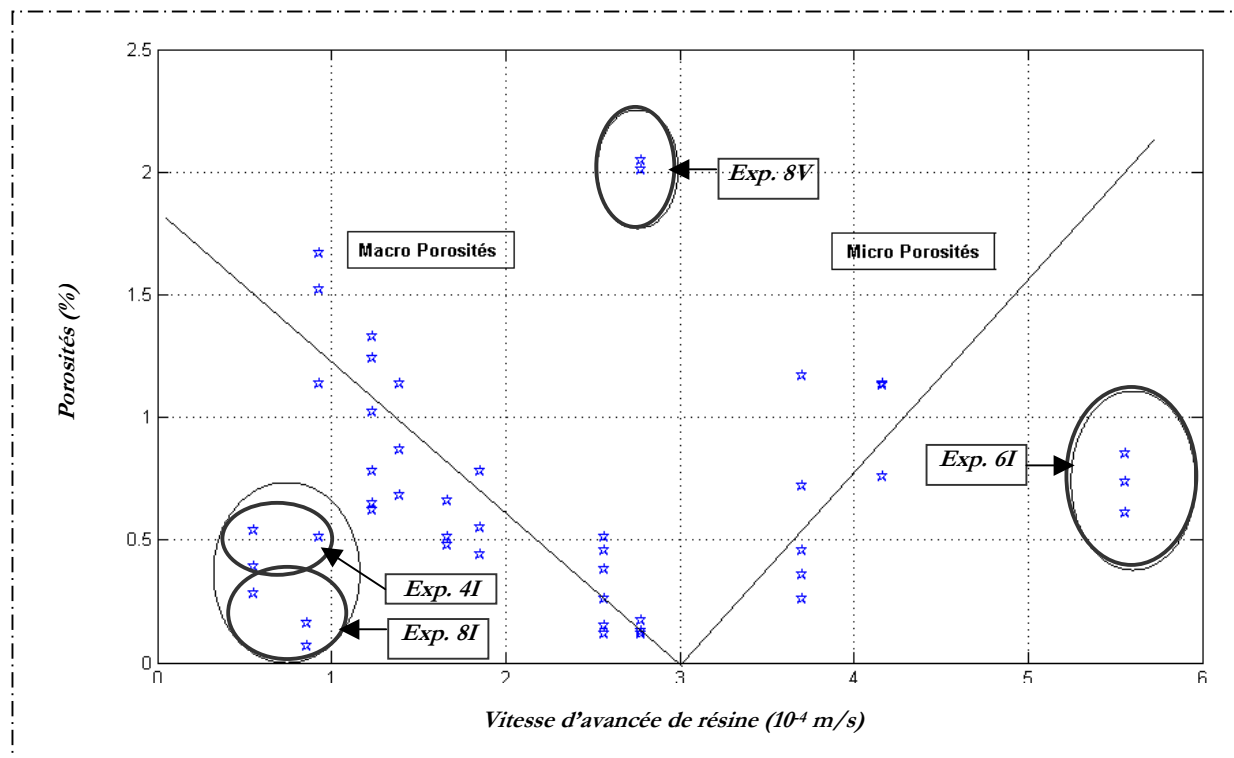


Figure 2.24 : Taux de macros/micros porosités en fonction de la vitesse d'avancée de résine

La figure 2.22 présente certains taux de porosités (encerclés) situés dans la zone des macros, des micros ou dans une zone intermédiaire. Ces valeurs sont éloignées du profil en « V ». Ces points peuvent représenter les effets des autres paramètres trouvés lors de l'analyse statistique du taux de porosités ou lors des observations, en occurrence la température de cuisson qui n'a pas un lien direct avec la vitesse d'avancée de résine. Au vu de ces remarques et étant donné que les macros porosités sont directement liées au paramètre *côté de la plaque* à son niveau « *côté vide* », et les micros porosités à son niveau de variation « *côté injection* », les résultats trouvés en analyse statistique en terme d'influence significative de ce paramètre sur la résistance à rupture en traction (et en compression) s'expliquent. En effet, le taux des macros porosités étant plus élevé que celui des micros porosités, les résistances à rupture en traction et en compression augmentent lorsqu'on passe du côté vide au côté injection. Le côté de la plaque masque donc en fait l'action des micros et des macros porosités.

En prenant l'exemple de la résistance à rupture en traction (σ_t) pour améliorer la compréhension des résultats et le modèle statistique fait, une analyse complémentaire est réalisée en incorporant dans le plan d'expériences le taux volumique de fibres et les taux de porosités macros et micros avec leurs valeurs réelles (sans codage) parmi les autres paramètres procédés tout en conservant leurs valeurs codées.

**Tableau 2.9 : Modèles statistiques de la résistance en traction
en fonction des macros et micros porosités**

	Coefficients Macro Porosités	Coefficients Micro porosités
Constante	0,00	
Température d'injection	-49,01	
Température du Moule	43,81	
Tissus drainants	43,31	
Température de cuisson	111,17	
Taux volumique de macros porosité (%)	-50,43	
Taux volumique de fibres (%)	12,70	12,70

Cette analyse montre que (tableau 2.9), seul le taux volumique de fibres a été jugé statistiquement significatif sur la résistance à rupture en traction dans le plan prenant en compte les micros porosités. Les micros porosités n'ont donc pas d'effets significatifs sur la résistance à rupture en traction. Cela veut dire que si la majorité des porosités comprises dans le matériau sont des micros porosités dont le taux est inférieur ou égale à 1%, la résistance à rupture en traction s'écrirait comme à l'équation 2.9 en fonction du coefficient relatif à l'effet du taux volumique de fibres. Un composite de stratifié infusé de taux volumique de fibres de 60% conduirait donc à une résistance à rupture en traction de 762 MPa.

$$\sigma_t (MPa) = 12.7 * V_f$$

En revanche, en ce qui concerne le plan prenant en compte les macros porosités, le taux de volumique de fibres ($V_f \in [56\%, 65\%]$) et le taux volumique de macros porosités ($V_p \in [0\%, 2.1\%]$), en plus des températures du procédé et du nombre de tissu drainant sont jugés significatifs. Soulignons ici l'importance de la variation de la résistance à rupture en traction (σ_t) en fonction du taux de macros porosités. σ_t s'écrirait donc en fonction du taux volumique de porosités dans le matériau par l'équation 2.10. La résistance en traction serait donc réduite d'environ 50 MPa par pourcentage (%) de porosité trouvée dans un stratifié infusé ($762 * 6.62$). Il y a une bonne corrélation entre les deux modèles statistiques, on peut donc admettre leur fiabilité (variation $\approx 7\%$). En compression, la diminution serait donc de 41 MPa environ (variation $\approx 9\%$).

$$\sigma_t (MPa) = 762 * (1 - V_p) \quad (2.10)$$

La figure 2.25 illustre la comparaison entre les valeurs prédites et les valeurs mesurées de résistance en traction. Les deux modèles combinés permettent de représenter 59% de la variance observée sur la résistance en traction ce qui améliore le modèle qui ne prenait en compte que le coté de la plaque (vide ou injection). C'est la séparation des données en fonction de la vitesse de remplissage qui permet de l'améliorer. On retrouve dans ce modèle les effets des taux volumiques de fibres et de porosités qui sont bien connus.

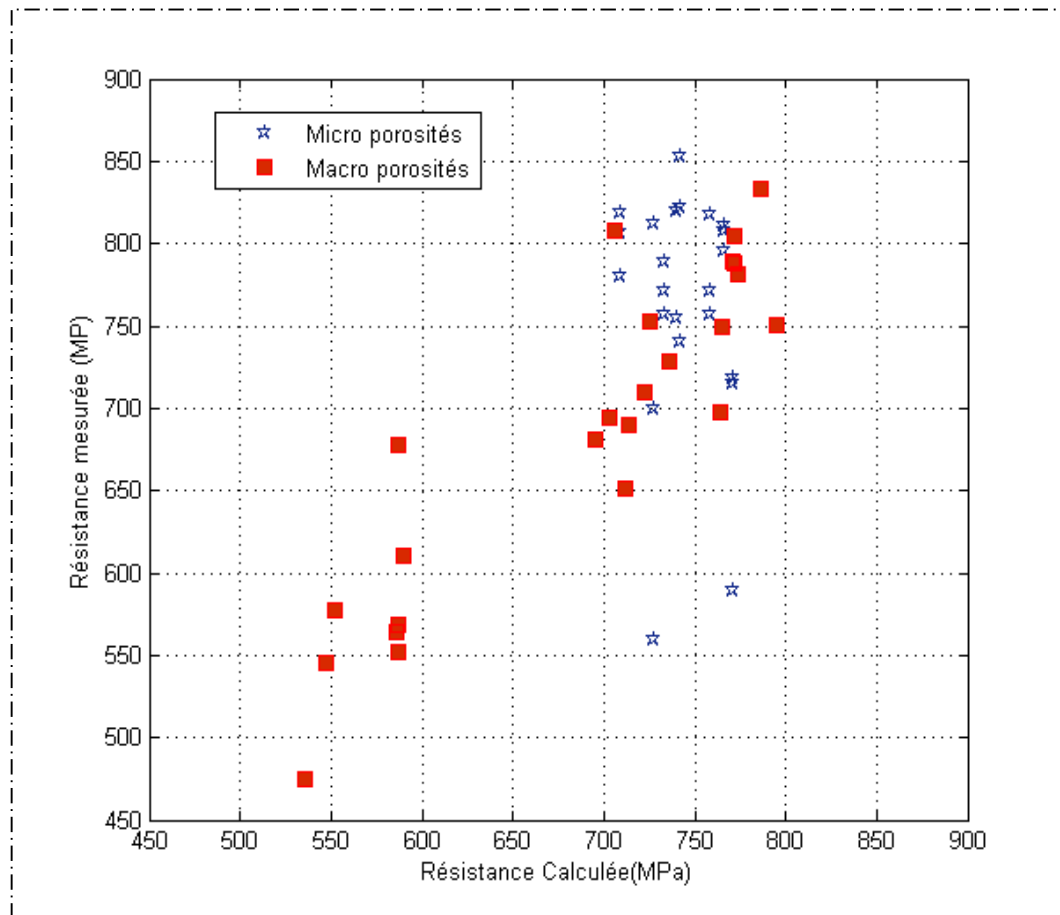


Figure 2.25 : Résistance en traction calculée et mesurée avec les modèles micro/macro porosités

II.3 CONCLUSION GENERALE SUR LES STRATIFIES INFUSES NON COUSUS

Dans ce chapitre, les composites en préformes de carbone NCF non cousus sont fabriqués par infusion de résine thermodurcissable liquide (époxy RTM 6). L'objectif a été d'évaluer l'influence que peuvent avoir les paramètres procédés sur la santé matière et les propriétés mécaniques de ces stratifiés infusés afin de proposer les paramètres procédés qui maximiseraient leurs propriétés.

Le travail a consisté dans un premier temps à ordonner les paramètres procédés identifiés et classés par l'étude bibliographique précédente dans un plan d'expérience de type table de Taguchi L_{16} , en leur affectant à chacun deux niveaux de variation, un niveau bas et un niveau haut. Les paramètres procédés qui ont fait l'objet d'une variation de leur valeur dans ce cas d'étude sont au nombre de huit au total et forment trois groupes principaux. Il s'agit de la *nature de la préforme* qui est constituée uniquement du *nombre de couches de carbone NCF*, du groupe de la *configuration du procédé* composé du *côté de la plaque* par rapport au point d'injection de résine ou d'aspiration du vide, du *nombre de couches de tissu drainant* et du *niveau de vide*. Le troisième groupe de paramètres procédés englobe la *température du moule*, la *température d'injection* et la *température de cuisson* de résine. Une *interaction entre le nombre de couches de NCF et de tissu drainant* est intégrée aussi comme paramètre. Ces paramètres sont disposés dans le plan d'expériences en colonne en fonction de leur difficulté de réalisation. Leur combinaison forme des lignes qui définissent les différentes conditions de fabrication.

L'étude des effets des paramètres procédés sur les résultats de caractérisation est réalisée par régression multilinéaire et une analyse statistique. Elle permet d'écrire les réponses sous forme de modèle en équation linéaire comportant uniquement les paramètres trouvés statistiquement influents. L'effet des paramètres influents sur les propriétés morphologiques (*température de transition vitreuse T_g , taux volumique de fibres V_f , taux volumique de porosités V_p , et épaisseur h*) et les propriétés mécaniques (*résistance à rupture en traction σ_p , compression σ_c , et cisaillement interlaminaire τ_{max}*) des stratifiés infusés a été déterminé et quantifié. L'analyse des résultats de caractérisation s'est faite en deux étapes principales : l'analyse statistique et l'analyse microscopique. L'analyse statistique a permis de déterminer les paramètres jugés significatifs sur les réponses de caractérisation et de quantifier leurs effets. L'analyse microscopique s'est faite par des observations de la microstructure des coupes des stratifiés pour explorer la santé matière du matériau et trouver des corrélations d'une part entre les différentes propriétés mais aussi des explications aux résultats statistiques trouvés.

Les résultats des analyses statistiques ont montré des influences soit très significatives, soit significatives de chacun des paramètres procédés sur au moins une de ces propriétés. La nature de la préforme et la configuration du procédé sont des paramètres influents à la fois sur les propriétés mécaniques et sur les propriétés morphologiques des stratifiés infusés tandis que les températures du procédé et l'interaction influencent uniquement leurs propriétés morphologiques. Par une analyse microscopique, l'on a trouvé qu'en général, les températures de procédé élevées ont des effets néfastes sur la santé matière des stratifiés infusés non cousus. La conclusion générale de cette analyse de caractérisation est qu'une bonne qualité de la santé matière du matériau s'associe à des meilleures propriétés mécaniques. Après cette démarche, il est important à présent de connaître les paramètres procédés qui maximisent les propriétés mécaniques de stratifiés infusés.

Tous les résultats des analyses ont convergé en particulier dans le sens où « une bonne qualité de la santé matière s'associe à des meilleures propriétés mécaniques ». En plus, des corrélations ont été trouvées entre les propriétés mécaniques et les propriétés morphologiques. Ainsi, le choix des meilleurs paramètres procédés pour la fabrication des stratifiés infusés de bonne qualité est guidé par la détermination du niveau de variation des paramètres trouvés influents qui sont favorables aux propriétés morphologiques. Les propriétés morphologiques des stratifiés infusés sont influencées en grande partie par les températures du procédés en plus du paramètre « *niveau de vide* ». Ceci étant, les paramètres procédés qui contribuent à des propriétés mécaniques maximales des stratifiés infusés seraient :

- ✓ *Un niveau de vide poussé et le plus uniforme possible dans toute l'enceinte d'infusion ;*
- ✓ *Une différence de valeurs entre les températures de moule et d'injection de résine la plus faible possible ;*
- ✓ *Une température de cuisson la moins élevée possible ;*
- ✓ *Une maîtrise de la vitesse d'injection.*

Pour le plan d'expériences étudié, la condition de fabrication de la ligne N°8 expérience 4I est celle qui se rapproche le plus de toutes ces critères. Elle permet d'obtenir des meilleures propriétés mécaniques et morphologiques. Ces pièces structurales ont une bonne santé matière. Elles ont des taux de porosités faibles, des taux volumiques de fibres élevées et une bonne stabilité dimensionnelle.

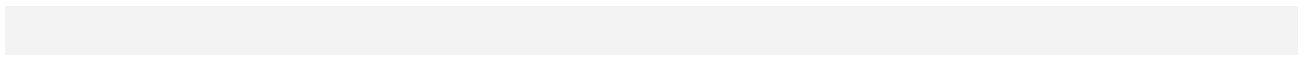
Le chapitre qui suit propose une étude similaire des effets des paramètres procédés sur les mêmes réponses de caractérisation que celles présentées dans ce chapitre. La différence sera au niveau des préformes de carbone NCF qui composent les stratifiés infusés qui seront cousus.

CHAPITRE III

ANALYSE DES PROPRIETES DES STRATIFIES

INFUSES COUSUS

Introduction.....	109
III.1 Méthode d'infusion et de caractérisation des stratifiés infusés cousus.....	110
III.2 Résultats d'essais de caractérisations du plan d'expériences.....	114
III.3 Analyse statistique des résultats de caractérisation des stratifiés infusés	118
III.4 Analyse microscopique des stratifiés infusés cousus.....	127
III.5 Comparaison entre les stratifiés infusés cousus et non cousus	132
III.6 Conclusion générale sur les stratifiés infusés cousus et non cousus.....	135
III.7 Référence	136



INTRODUCTION

L'objectif général de cette recherche reste l'étude des influences des paramètres liés à la fabrication des stratifiés par infusion de résine liquide (LRI) en fibres de carbone NCF et en résine époxy RTM 6, sur leurs propriétés à rupture et leur santé matière. Dans le chapitre précédent, en fonction de leur groupe, les effets de paramètres procédés ont été quantifiés sur les propriétés mécaniques et morphologiques des stratifiés infusés à préformes non cousues. Comme cela est expliqué dans l'étude bibliographique, l'introduction d'un renfort transversal (par cloutage ou par piquage) dans un stratifié fabriqué par voie liquide pourrait modifier les conditions d'écoulement de la résine au cours de la fabrication, et provoquer aussi une variation des performances et de la qualité de la pièce finale. L'étude des effets du renforcement transversal par couture comme paramètre du groupe « nature de la préforme », en plus du nombre de couches de NCF dont elle était uniquement constituée précédemment, est donc analysée dans ce chapitre.

Parmi les différents renforcements transversaux des stratifiés, le renforcement par *couture* a été choisi car il présente l'avantage d'être peu coûteux, simple à réaliser et permet de réduire les risques liés à la manipulation des préformes (risque de déplacement des plis lors du drapage). De plus, il s'agit d'une procédure de renfort à fort potentiel pour les structures aéronautiques contrairement au cloutage. Néanmoins, ses effets sur les propriétés courantes des composites et en particulier des stratifiés infusés restent encore à déterminer. Ce chapitre sera donc consacré à l'évaluation de l'influence du paramètre « *couture* », en plus des précédents paramètres procédés identifiés, sur les propriétés à rupture et la santé matière des stratifiés infusés cousus.

La même démarche qu'au chapitre précédent est retenue pour les caractérisations à faire et la fabrication des stratifiés infusés : la construction des plans d'expériences par la méthode de Taguchi au travers d'une de ces tables.

III.1 METHODE D'INFUSION ET DE CARACTERISATION DES STRATIFIES INFUSES COUSUS

III.1.1 Paramètres procédés et plan d'expériences

Dans ce cas d'étude qui concerne les stratifiés infusés de préformes cousues, les paramètres procédés dont les valeurs sont sujettes à des variations sont disposés en 9 colonnes dans le plan d'expériences selon la table de Taguchi de type $L_{16}(2^{15})$. Ils restent classés en trois groupes principaux plus une interaction comme suit :

- ✓ La nature de la préforme est constituée cette fois-ci de deux facteurs : le nombre de couches de carbone NCF (N_{NCF}) et la couture (C_o) de la préforme ;
- ✓ La configuration du procédé est inchangée : niveau de vide (N_v) atteint pendant l'infusion, côté de la plaque (C_p) et nombre de couches de tissu drainant (t_d);
- ✓ Les températures du procédé restent les mêmes : la température du moule (T_m), la température d'injection (T_i) de résine et la température de cuisson (T_c) de résine ;
- ✓ L'interaction entre le nombre de couches de NCF et le nombre de couches de tissu drainant ($Int_{NCF, td}$).

Chaque paramètre a toujours deux niveaux de variation, un niveau bas et un niveau élevé à l'exception du niveau de vide dont la valeur est contrôlée mais pas imposée. Les pièces sont donc infusées sous forme de plaques de stratifiés avec des préformes composées de deux ou de quatre couches de carbone NCF avec ou sans couture. Le paramètre « couture » est ajouté comme première colonne du plan d'expériences. La configuration du procédé pour cette mise en œuvre est faite telle que une ou deux couches de tissus drainants sont utilisées pour favoriser l'écoulement de la résine d'abord en surface puis dans l'épaisseur des plaques placées soit du côté aspiration du vide soit du côté injection de résine. Des températures du procédé, une température du moule à $100^{\circ}C$ ou à $120^{\circ}C$, une température d'injection de résine à $60^{\circ}C$ ou à $80^{\circ}C$ et une température de cuisson de résine à $160^{\circ}C$ ou à $180^{\circ}C$, sont utilisées pour fabriquer ces stratifiés cousus.

Le plan d'expériences pour ces stratifiés infusés cousus (tableau 3.1) est construit tel que sa première partie (de la ligne de conditions N°1 à la ligne N°8) comporte les conditions de fabrication des stratifiés infusés fabriqués avec couture, et sa deuxième partie les stratifiés infusés non cousus. Les non cousus sont ceux étudiés dans le chapitre précédent pour les mêmes numéros de référence de conditions de fabrication. Les stratifiés composés de préformes cousues sont fabriqués par infusion de résine liquide en respectant les conditions du demi-plan supérieur de cette table.

Tableau 3.1 : Plan d'expériences pour les stratifiés infusés cousus : table de Taguchi $L_{16}(2^{15})$

Conditions de fabrication		Paramètres procédés								
N°	Exp.	Couture	Nombre de N.C.F	Temp. injection (°C)	Interaction N.C.F et drainant	Temp. moule (°C)	Nombre de tissus drainants	Temp. cuisson (°C)	Côté de plaque	Niveau de vide (mbar)
1	1V	Avec	2	60	1	120	2	160	Vide	1.2
2	1I	Avec	2	60	1	120	2	160	Injection	1.2
3	2V	Avec	2	60	2	100	1	180	Vide	1.1
4	2I	Avec	2	60	2	100	1	180	Injection	1.1
5	3V	Avec	4	80	1	120	1	180	Vide	1.4
6	3I	Avec	4	80	1	120	1	180	Injection	1.4
7	4V	Avec	4	80	2	100	2	160	Vide	1.1
8	4I	Avec	4	80	2	100	2	160	Injection	1.1
9	5V	Sans	2	80	1	100	2	180	Vide	1.3
10	5I	Sans	2	80	1	100	2	180	Injection	1.3
11	6V	Sans	2	80	2	120	1	160	Vide	1.1
12	6I	Sans	2	80	2	120	1	160	Injection	1.1
13	7V	Sans	4	60	1	100	1	160	Vide	1.4
14	7I	Sans	4	60	1	100	1	160	Injection	1.4
15	8V	Sans	4	60	2	120	2	180	Vide	2.4
16	8I	Sans	4	60	2	120	2	180	Injection	2.4
17	9V	Sans	4	70	2	110	2	170	Vide	1.7
18	9I	Sans	4	70	2	110	2	170	Injection	1.7

III.1.2 Principe de fabrication des stratifiés infusés cousus

Le but, les outillages et la procédure de fabrication restent les mêmes que ceux des stratifiés infusés non cousus. En revanche, les préformes pour les stratifiés de cette étude sont préalablement cousues en respectant une certaine géométrie.

III.1.2.1 Couture sur préformes

Après avoir découpé et drapé les tissus de carbone NCF en 2 ou 4 couches dans le respect de la symétrie miroir, les préformes sont cousues. La couture se fait en lignes droites parallèles dans le sens de la longueur des plaques (400 mm) selon le type de couture en *point noué modifié*¹ avec du fil en kevlar² à l'aide d'une machine à coudre industrielle achetée pour cette recherche. La longueur entre deux points successifs est de 8 mm. Les coutures sont faites de sorte que l'espacement entre deux lignes de couture fait la distance de deux points successifs (8mm) dans toutes les éprouvettes à caractériser. La figure 3.1

¹ Voir chapitre I partie 1.4 pour les types de couture.

² Voir annexe 1 pour le type de fil de couture

présente la géométrie de couture utilisée pour toutes les préformes (2 NCF et 4 NCF) nécessaires à cette étude.

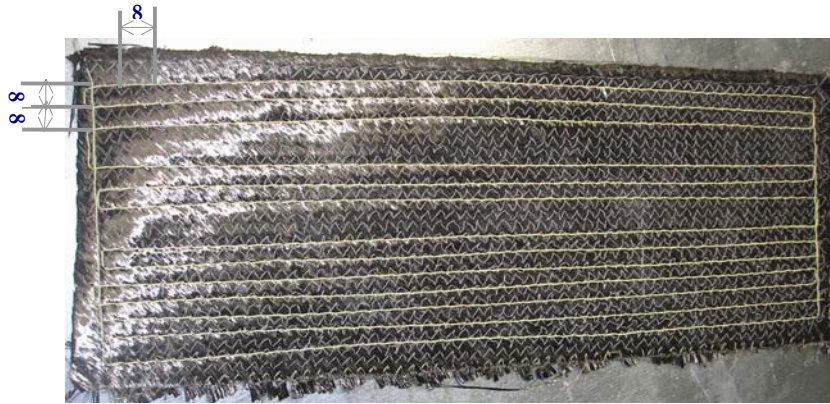


Figure 3.1 : Géométrie de couture sur préformes de carbone NCF

III.1.2.2 Procédure de fabrication

Le même dispositif que celui de la fabrication des stratifiés infusés non cousus³ est utilisé. Les préformes cousues sont donc disposées sur le moule posé sur la table chauffante, puis l'étanchéité, la mise sous vide, l'infusion, la polymérisation et le refroidissement de l'ensemble est fait en suivant les précautions décrites précédemment ainsi que le même cycle de cuisson de la résine en fonction de la température de cuisson utilisée (tableau 2.2). Aucune post-cuisson n'est réalisée et l'on obtient ainsi huit plaques de stratifiés infusés cousus de $400 \times 150 \times 2$ ou 4 mm^3 qui sont découpées aux dimensions des éprouvettes de caractérisation.

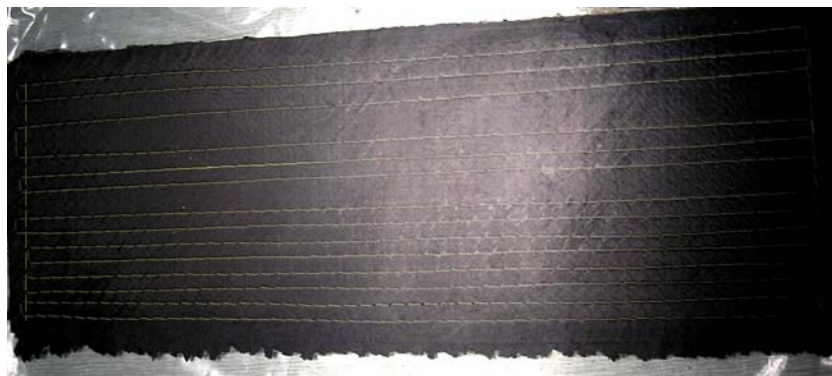


Figure 3.2 : Plaque de stratifié infusé cousu carbone NCF et époxy RTM 6

³ Voir chapitre II partie II.1.2

III.1.2.3 Expertise des éprouvettes avant essai

Les normes utilisées et les dimensions des éprouvettes pour chaque essai de caractérisation sont les mêmes que pour les éprouvettes en stratifiés non cousus⁴. Les découpes des éprouvettes sont aussi faites en suivant le même plan de découpe mais en prenant la précaution d'avoir à peu près le même nombre de points de couture par éprouvettes (± 1). Les éprouvettes obtenues après découpe sont polies, nettoyées, puis mesurées et contrôlées⁵.

III.1.3 Bilan

Des préformes de 2 ou de 4 *couches de carbone NCF* ont été cousues par *point noué modifié* pour fabriquer des stratifiés avec de l'époxy RTM 6 par infusion de résine liquide, en suivant le demi-plan d'expériences de la table de Taguchi de type $L_{16}(2^{15})$. Huit conditions de fabrication ont été suivies pour cette mise en œuvre. Neuf paramètres procédés dont la plupart comporte deux degrés de variation ont servi à la construction du plan d'expériences complet comportant deux parties : l'une pour la fabrication des éprouvettes de stratifiés infusés *avec couture* et l'autre pour des éprouvettes de stratifiés infusés *sans couture*. Seuls les stratifiés infusés cousus ont été fabriqués à nouveau pour ce plan. La partie concernant les stratifiés non cousus est la même que celle du plan précédent (chapitre II). Ainsi, les éprouvettes de stratifiés infusés cousus sont testées et leurs résultats sont ajoutés à ceux de la deuxième partie du plan précédent (stratifiés non cousus) pour l'analyse des résultats de caractérisation mécaniques et morphologiques du plan complet (non cousus et cousus).

⁴ Voir tableau 2.3 et annexes 2 et 3

⁵ Annexe 4

III.2 RESULTATS D'ESSAIS DE CARACTERISATIONS DU PLAN D'EXPERIENCES

Dans ce paragraphe, une synthèse des résultats moyens de caractérisations morphologiques et mécaniques trouvés par expérience est faite. Les réponses moyennes du plan d'expériences complet, sur les huit expériences des stratifiés cousus et complétées des réponses du demi-plan inférieur des stratifiés non cousus, sont présentées. Les valeurs les plus favorables du plan complet (en bleu) ou de la partie avec couture (en violet) et défavorables du plan complet (en rouge) ou de la partie avec couture (en orange) sont mises en évidence dans les tableaux récapitulatifs (3.2 et 3.3) des propriétés.

III.2.1 Résultats d'essais de caractérisations mécaniques

Les propriétés mécaniques sont recensés dans le tableau 3.2 par valeurs moyennes (propriétés et écarts types) de chaque expérience de fabrication. Il s'agit des résistances maximales à rupture en traction (σ_t), en compression (σ_c) et en cisaillement interlaminaire ($RCIL$ ou τ_{max}) des stratifiés de préformes en carbone NCF cousus d'une part et non cousus d'autre part, infusés de résine époxy RTM 6.

Tableau 3.2 : Résultats moyens des propriétés mécaniques pour plan avec couture

Conditions de fabrication			Propriétés mécaniques moyennes					
N°	Exp.		σ_t (MPa)	Ecart type (σ_t)	σ_c (MPa)	Ecart type (σ_c)	τ_{max} (MPa)	Ecart type (τ_{max})
Cousus	1	1V	692.76	13.78	489.22	40.84	40.30	1.21
	2	1I	780.95	62.99	438.17	20.22	45.28	1.61
	3	2V	759.74	66.15	444.67	67.09	46.21	1.18
	4	2I	742.26	37.96	550.23	33.94	37.94	2.71
	5	3V	789.84	48.59	496.95	43.44	44.69	4.96
	6	3I	789.01	33.07	558.38	19.08	35.40	2.82
	7	4V	741.87	23.83	487.17	49.82	15.04	2.03
	8	4I	702.96	20.67	452.26	0.79	13.12	0.73
Non cousus	9	5V	740.45	24.80	422.17	11.89	36.60	2.64
	10	5I	772.52	16.34	451.67	46.10	36.33	2.65
	11	6V	577.47	59.50	400.44	2.86	31.23	4.44
	12	6I	805.24	57.95	433.08	43.53	39.62	2.41
	13	7V	753.92	60.18	487.25	72.10	42.82	4.16
	14	7I	784.43	64.31	487.29	45.32	41.65	5.34
	15	8V	727.16	9.24	439.64	44.54	46.31	4.10
	16	8I	802.15	19.68	393.11	54.57	41.08	6.21
Moyennes		Cousus	749.92		491.35		41.72	
		Non cousus	746.02		440.75		39.69	
		Générales	747.97		466.64		40.53	

Les valeurs des lignes 7 et 8 en RCIL n'ont pas fait partie de l'analyse des résultats à cause de leurs valeurs anormalement basses par rapport aux autres résultats du plan. En premier aperçu des résultats des propriétés mécaniques moyennes brutes avant l'analyse statistique, il est à noter que les *valeurs les plus faibles* du plan se trouvent généralement dans la *partie des non cousus*. Les valeurs les *plus hautes* de la partie destinée aux stratifiés cousus sont *plus élevées que la moyenne générale* du plan. Ce qui est bien sûr attendu. Mais cela reste à vérifier par l'analyse statistique étant donné que les résultats présentés représentent les moyennes par condition de fabrication premièrement. En plus de cela, l'analyse statistique permet de déterminer avec précision les paramètres qui génèrent effectivement des effets sur la réponse considérée.

III.2.2 Résultats d'essais de caractérisations morphologiques

La température de transition vitreuse (T_g), le taux volumique de fibres (V_f), le taux volumique de porosités (V_p) et l'épaisseur (h) de la pièce fabriquée constituent les propriétés morphologiques d'un stratifié infusé cousu comme non cousu. Les résultats moyens de ces caractéristiques associés à leurs dispersions obtenues par expérience sont répertoriés au tableau 3.3.

Tableau 3.3 : Résultats moyens des propriétés morphologiques pour plan avec couture

Conditions de fabrication			Propriétés morphologiques moyennes							
N°		Exp.	T _g (°C)	Ecart type (T _g)	h (mm)	Ecart type (h)	V _f (%)	Ecart type (V _f)	V _p (%)	Ecart type (V _p)
Cousus	1	1V	121.55	1.77	2.10	0.09	59.08	1.24	0.25	0.21
	2	1I	114.50	4.95	2.09	0.06	59.97	0.21	0.58	0.07
	3	2V	160.40	11.88	2.10	0.11	60.59	0.30	0.79	0.10
	4	2I	180.75	6.43	2.06	0.10	61.16	0.28	1.01	0.09
	5	3V	184.75	4.17	4.02	0.22	61.60	0.10	1.24	0.09
	6	3I	177.65	6.86	3.88	0.13	62.31	0.35	1.42	0.18
	7	4V	140.65	10.96	4.02	0.10	61.70	1.22	1.04	0.11
	8	4I	119.35	1.34	4.12	0.08	58.90	0.37	1.26	0.07
Non cousus	9	5V	193.80	1.13	2.02	0.04	64.33	0.58	1.19	0.16
	10	5I	180.65	1.20	2.04	0.07	65.37	1.04	1.02	0.26
	11	6V	161.25	0.21	2.05	0.05	61.30	0.26	0.59	0.16
	12	6I	172.55	1.06	2.04	0.03	62.11	0.63	0.73	0.12
	13	7V	139.75	3.89	3.81	0.20	63.47	0.98	0.15	0.03
	14	7I	154.80	11.17	3.77	0.17	62.88	0.43	0.80	0.38
	15	8V	182.20	2.55	4.27	0.07	57.16	0.19	2.97	0.27
	16	8I	155.00	6.93	4.18	0.04	56.64	0.15	0.18	0.08
Moyennes générales			169.01		3.04		61.16		0.95	
Moyenne pour 4 NCF					4.01					
Moyenne pour 2 NCF					2.06					

Une remarque similaire est constatée pour une analyse succincte des résultats des propriétés morphologiques moyennes brutes que celles des propriétés mécaniques. Cette fois, les *valeurs les plus faibles et les valeurs les plus élevées* du plan se trouvent dans la *partie des non cousus*, malgré le fait que les valeurs les *plus favorables de la partie destinée aux stratifiés cousus* sont *plus bénéfiques que celles de la moyenne générale* du plan. On peut se demander : quelles variabilités des propriétés morphologiques la couture peut-elle causer ? D'où tout l'intérêt de l'étude par une analyse statistique des résultats de caractérisations.

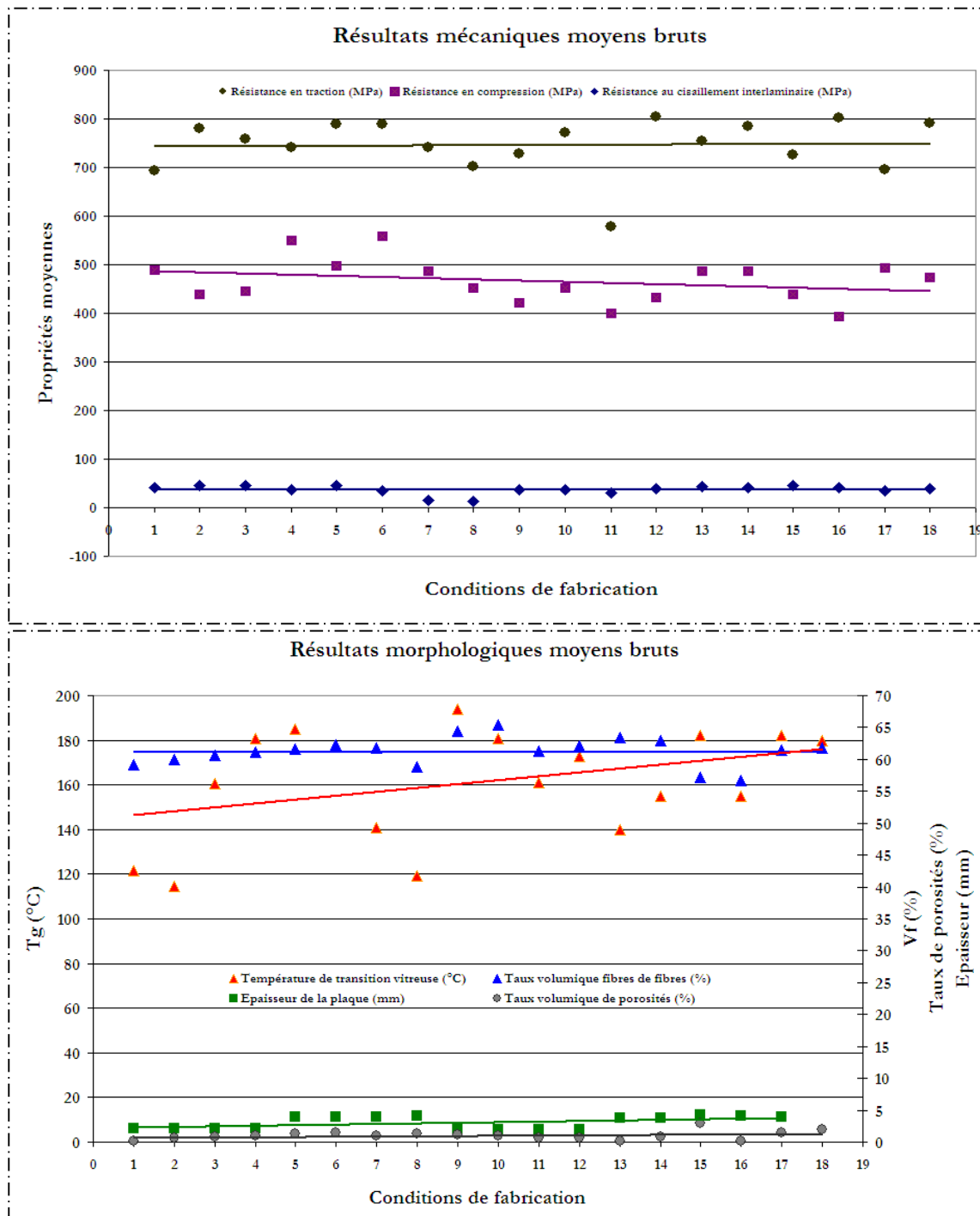


Figure 3.3 : Résultats des propriétés moyennes du plan d'expériences

La figure 3.3 présente les résultats moyens bruts des propriétés mécaniques (en haut) et morphologiques (en bas) des stratifiés infusés de tout le plan d'expériences. L'on peut remarquer une diminution de la résistance en compression entre les stratifiés infusés cousus (de 1 à 8) et les non cousus (de 9 à 18). La couture aurait donc un effet sur la résistance en compression d'un stratifié NCF infusé. En ce qui concerne la traction et le cisaillement interlaminaire, en dehors des valeurs 7 et 8, il n'est pas facile de connaître l'effet de la couture sur ces résistances. Leurs courbes de tendances sont pratiquement constantes. Il en est de même de l'épaisseur et du taux volumique de porosités. En revanche, les températures de transition vitreuse et les taux volumiques de fibres des stratifiés infusés cousus s'avèrent être plus basses que ceux des non cousus. L'effet de la couture sur le taux de fibres n'est pas à priori explicable par simple analyse des résultats bruts mais les valeurs faibles des températures de transition vitreuse des stratifiés par contre sont en grande partie liées aux conditions de fabrication de ces stratifiés. En effet, cette campagne de fabrication a été soumise à un changement d'emplacement du dispositif de fabrication qui était plus sensible à la variation de température ambiante (table chauffante proche de la sortie de la halle et fabrication faite en hiver). Etant donné que la cuisson de la résine se fait à l'air libre sur une table chauffante et sans post cuisson par la suite, une grande variation de température ambiante pourrait effectivement jouer sur la T_g des stratifiés finaux par un refroidissement convectif. D'où ces valeurs faibles de T_g des stratifiés infusés cousus.

En traçant la courbe de la figure 3.4 qui représente les différentes valeurs trouvées de taux de porosités, l'on remarque une augmentation moyenne de V_p avec le nombre de couches de NCF. Globalement, les stratifiés infusés cousus avec 4 NCF ont donc des valeurs de V_p plus élevées que celles cousus avec 2 NCF. Regardons à présent plus en détails à travers une analyse statistique l'effet de la couture et des autres paramètres procédés du plan sur ces résultats

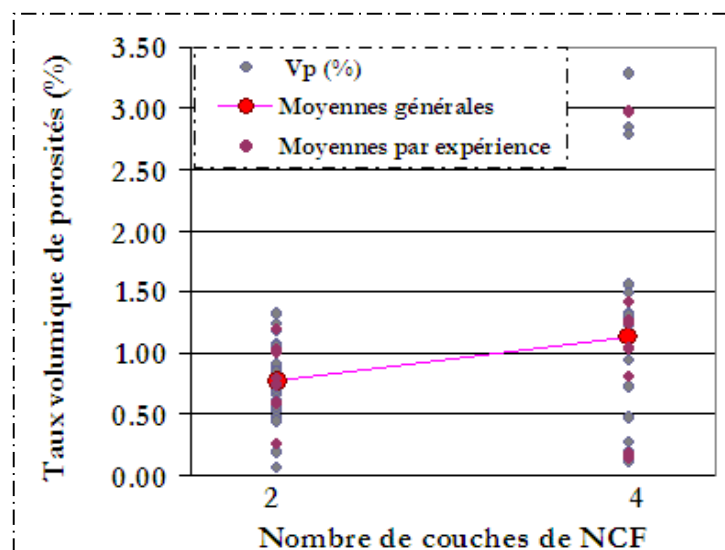


Figure 3.4 : Variation du taux de porosités en fonction du nombre de NCF

III.3 ANALYSE STATISTIQUE DES RESULTATS DE CARACTERISATION DES STRATIFIES INFUSES

Cette partie présente l'analyse statistique des résultats de caractérisation du plan d'expériences qui comporte 9 paramètres procédés dont la couture en plus des huit paramètres précédemment analysés. La méthode d'analyse reste la même que celle décrite aux derniers chapitres avec comme expression linéaire du modèle général (Y) liée au plan d'étude l'équation 3.1. Par cette analyse statistique, l'on pourra déterminer à l'aide de l'analyse de la variance, parmi les 9 paramètres procédés du plan d'expériences ceux qui provoquent des variations sur les quantités caractérisées .

(3.1)

$$Y = C + a_{C_o} C_o + a_{N_{NCF}} N_{NCF} + a_{T_I} T_I + a_{Int} Int_{N_{NCF}, N_{t_d}} + a_{T_M} T_M + a_{N_{t_d}} N_{t_d} + a_{T_C} T_C + a_{C_p} C_p + a_{N_v} N_v$$

✓ Résultats de l'analyse statistique des propriétés mécaniques du plan d'expériences avec couture

$$\sigma_t = 747.97 + 24.47 C_p \quad (3.2)$$

$$\sigma_c = 466.57 + 22.96 C_o - 20 t_d \quad (3.3)$$

$$\tau_{\max} = 42.84 + 3.88 N_v + 1.95 C_o \quad (3.4)$$

✓ Résultats de l'analyse statistique des propriétés morphologiques du plan d'expériences avec couture

$$T_g = 160.12 + 15.91 T_c - 8.65 C_o - 10.93 N_v + 5.46 T_m \quad (3.5)$$

$$V_f = 61.16 - 0.93 T_m + 0.83 T_i - 0.79 Int_{N_{NCF}, t_d} - 0.76 N_{t_d} - 0.50 C_o \quad (3.6)$$

$$V_p = 1.12 + 0.21 T_C + 0.20 T_i + 0.32 N_v \quad (3.7)$$

$$h = 3.14 + 0.90 N_{NCF} + 0.07 Int_{N_{NCF}, t_d} + 0.20 N_v + 0.08 C_o + 0.04 N_{t_d} + 0.05 T_i \quad (3.8)$$

Chaque réponse de caractérisation est analysée séparément. Les meilleurs modèles du plan (expressions ci-dessus) comportant les paramètres statistiquement influents sur les résultats sont retenus. Les paramètres trouvés influents, en variables codées (*bas* : -1 et *haut* : 1) dans ces expressions de modèles réduits (Eq. 3.2 à 3.8), sont soit très significatifs (TS), soit significatifs (S), soit peu

significatifs (PS), en provoquant l'augmentation (+) ou la diminution (-) de la réponse (tableau 3.4) lors de son changement de niveau de variation (de bas à haut).

Dans la suite de ce paragraphe, les interprétations des résultats statistiques seront décrites en fonction de l'influence de chaque groupe de paramètres procédés sur l'ensemble des résultats de caractérisation. Chaque équation s'exprime en fonction d'une constante représentant la moyenne des réponses prédites lors de l'analyse statistique, et de ses paramètres influents codés en leur niveau de variation (*bas* : -1 et *haut* : 1). C'est la même méthode d'interprétation des résultats que précédemment, en fonction de la variation que cause chaque paramètre dans son groupe (en se référant aux équations linéaires) qui sera employée dans les discussions.

Tableau 3.4 : Résultats généraux de l'analyse statistique des stratifiés infusés cousus

Paramètres procédés		Propriétés mécaniques			Propriétés morphologiques			
		σ_t	σ_c	τ_{max}	T_g	V_f	V_p	h
Nature de la préforme	Nombre de NCF (N_{NCF}) : De 2 à 4							TS (+)
	Couture (C_o) : De « sans » à « avec »		TS (+)	S (+)	S (-)	TS (-)		TS (+)
Configuration du procédé	Nombre de tissu drainant (N_{td}) : De 1 à 2		S (-)			TS (-)		TS (+)
	Côté de plaque (C_p) : Du côté vide au côté injection	TS (+)						
	Niveau de vide (N_v) : Du poussé au moins poussé			TS (+)	S (-)		S (+)	TS (+)
Températures du procédé	Température du moule (T_m) : De 100°C à 120°C				PS (+)	TS (-)		
	Température d'injection (T_i) : De 60°C à 80°C					TS (+)	S (+)	TS (+)
	Température de Cuisson (T_c) : De 160°C à 180°C				TS (+)		S (+)	
Interaction entre le nombre de NCF et de tissu drainant ($Int_{N_{NCF},td}$) pour des configurations ((2,2), (4,1)) et ((2,1), (4,2)) : De 1 à 2						TS (-)		TS (+)

III.3.1 Influence de la nature de la préforme

La *nature de la préforme* regroupe le *nombre de couches de carbone NCF* (N_{NCF}) et la *couture* de la préforme. L'analyse statistique des résultats de caractérisation du plan complet a décelé deux types d'influences des paramètres de ce groupe sur les propriétés mécaniques et morphologiques des stratifiés infusés (**TS et S**). Le nombre de couches de carbone NCF (N_{NCF}) influence uniquement l'épaisseur (h ,

Eq. 3.8) et ceci de manière très significative en la faisant naturellement croître lorsque ce paramètre est doublé. Il y a donc une augmentation de **80%** de l'épaisseur du stratifié due au seul effet du nombre de NCF. Les 20% complémentaires qui permettraient de doubler l'épaisseur sont générés par un effet de compaction de la structure pendant le processus de mise sous vide. La couture a aussi un effet très significatif sur l'épaisseur. Elle crée en plus une variation de la *résistance en compression* (σ_c , Eq. 3.3), de la *résistance au cisaillement interlaminaire* (τ_{max} ou RCIL, Eq. 3.4), de la *température de transition vitreuse* (T_g , Eq. 3.5) et du *taux volumique de fibres* (V_f , Eq. 3.6) des stratifiés infusés.

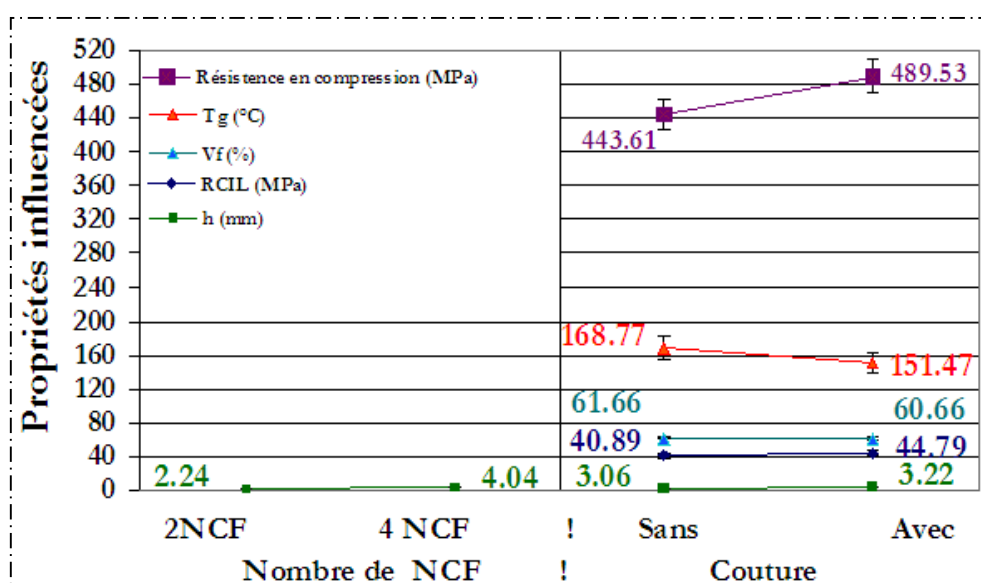


Figure 3.5 : Effets de la nature de la préforme sur les propriétés des stratifiés infusés

Le fait de fabriquer un stratifié avec une *préforme cousue* plutôt qu'une non cousue fait diminuer, son V_f de **1.5%**, et fait augmenter son épaisseur de **5%**, sa RCIL de **9.5%** et sa résistance en compression de **10%** (figure 3.5).

En se rappelant la relation entre V_f , l'épaisseur et le nombre de plis d'un renfort (Eq.1.8), il est tout à fait normal que l'augmentation de l'épaisseur relative du pli due à la couture provoque une diminution du taux de fibres. Dans le chapitre précédent, nous avons vu que la croissance de l'épaisseur d'une structure stratifiée infusée génère la diminution de son taux de fibres, de sa température de transition vitreuse et l'augmentation de sa RCIL quel que soit le nombre de couches de NCF choisi. Les mêmes résultats sont trouvés dans ce cas de figure. Mais alors, la chute de la T_g comme expliqué précédemment peut être aussi due à la cuisson et aux conditions de fabrication. En revanche, la RCIL et la résistance en compression des stratifiés infusés cousus sont plus élevées que celles des non cousus. Ce qui relève de l'effet « *structure* » rencontré pour ces deux cas. **Le renforcement dans l'épaisseur de la pièce infusée a favorisé ses propriétés dans le plan, notamment en compression et en**

cisaillement inter laminaire. La présence du fil de couture transverse améliore mécaniquement ces deux propriétés. Pour cisailer la résine, il faut en plus rompre les fils de couture et ce qui n'est pas forcément le cas en traction car les contraintes maximales sont aux plis à 0° sur lesquels on tire. C'est pour cette raison que l'effet de la couture n'a pas été trouvé significatif sur la résistance à rupture en traction.

III.3.2 Influence de la configuration du procédé

Par le groupe « *configuration du procédé* » l'influence du *nombre de couches de tissus drainants*, du *côté de la plaque* et du *niveau de vide* sur les propriétés mécaniques et morphologiques des stratifiés infusés peuvent être déterminées. L'analyse statistique révèle des effets très significatifs ou significatifs d'au moins un de ces paramètres sur chacune de ces propriétés (tableau 3.4).

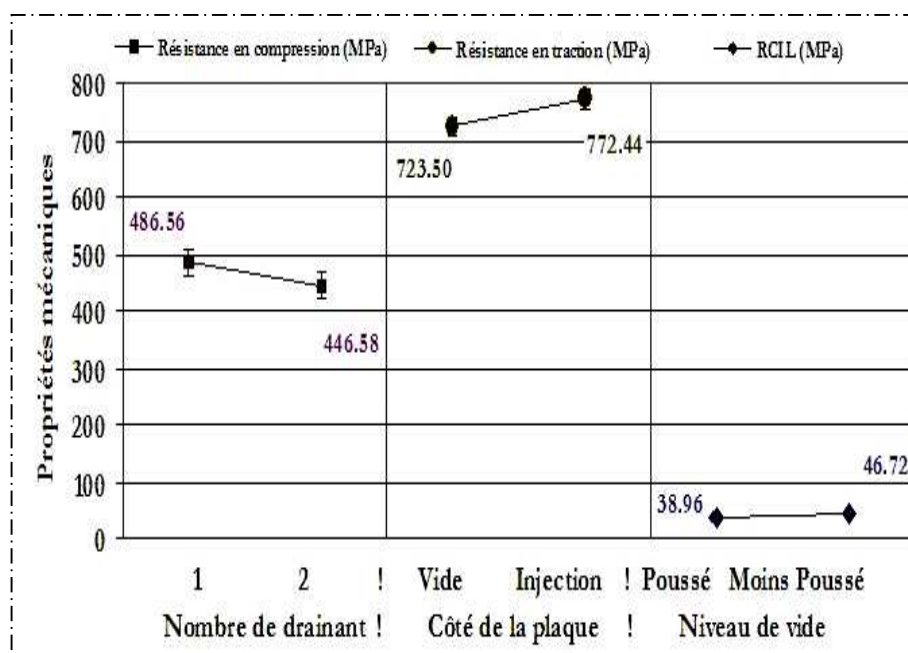


Figure 3.6 : Effets de la configuration du procédé sur les propriétés mécaniques des stratifiés infusés

La résistance maximale en compression est plus faible lorsque l'on utilise 2 tissus drainants au lieu de 1, la résistance maximale en traction croît lors du passage du côté vide au côté injection, et la résistance au cisaillement inter laminaire est plus faible pour des niveaux de vide poussés (figure 3.6). Soit des variations respectives de **8.57%** en compression, **6.54%** en traction et **18%** en RCIL. Sur la figure 3.5 et dans les équations 3.5 à 3.8, l'on peut remarquer la diminution de V_f et de la T_g avec l'augmentation des paramètres de configuration du procédé alors que V_p et h augmentent. En effet, une augmentation d'épaisseur et de taux de porosités dues à un niveau de vide moins poussé se traduit par

une diminution du taux volumique de fibres dans le composite⁶. Si en plus s'ajoute la difficulté de compaction comme c'est cas avec la présence de 2 tissus drainants, V_f est d'avantage diminué. Dans un composite, les fibres étant un conducteur de chaleur et la résine jouant le rôle d'isolant, un niveau de vide moins poussé ne favoriserait pas le resserrage des fibres pour une meilleure conductivité thermique. Ceci engendrerait donc une mauvaise conduite de la chaleur à l'intérieur du matériau. Ce qui explique la diminution statistique de la température de transition vitreuse des stratifiés infusés pour des niveaux de vide moins poussés. Les **propriétés morphologiques des stratifiés infusés non cousus ou cousus sont toujours meilleures lorsqu'ils sont fabriqués avec des niveaux de vide poussés.**

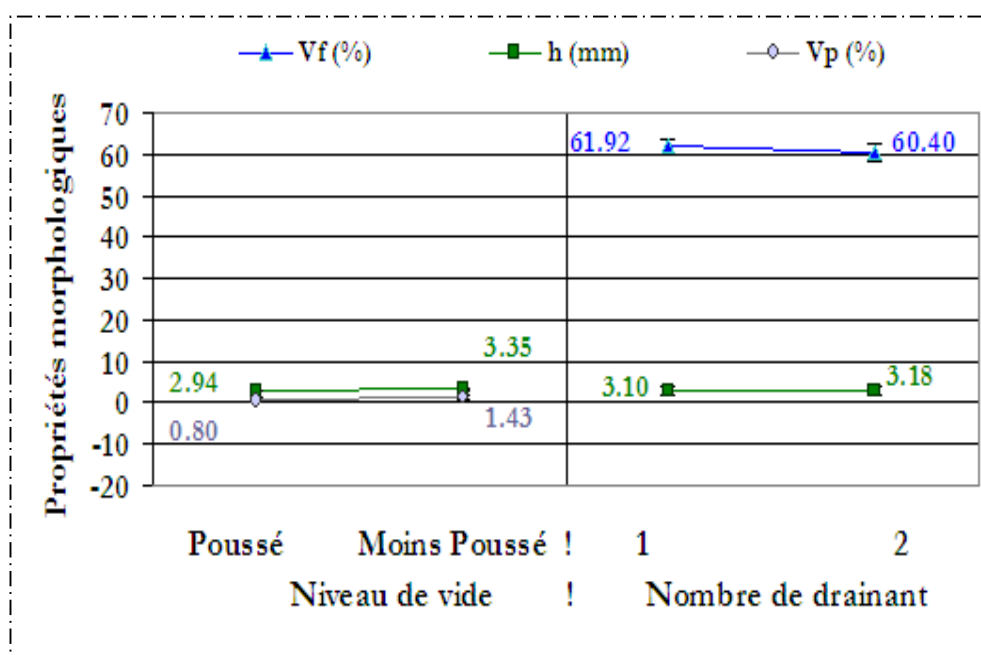


Figure 3.7 : Effets de la configuration du procédé sur les propriétés morphologiques des stratifiés infusés

On peut constater d'après les équations 3.6 et 3.8, qu'il existe aussi une influence de l'interaction entre le nombre de NCF et le nombre de tissu drainant sur le taux volumique de fibres et l'épaisseur de la structure stratifiée. Sur la figure 3.8, on observe que le *taux volumique de fibres d'un stratifié infusé est plus élevé lorsqu'il est fabriqué avec 4 couches de NCF et 1 tissu drainant*. En effet, la tendance générale de l'épaisseur est de croître tandis que celle de V_f est de décroître lorsque l'interaction passe de sa configuration [1] à sa configuration [2]. D'autre part, la valeur de V_f est la plus faible lorsque l'on a 4 NCF et 2 tissus drainants. Ce résultat s'explique par le fait que V_f est dépendant de l'épaisseur qui elle aussi dépend naturellement du nombre de NCF et aussi du nombre de tissus drainants. En effet, l'analyse statistique a montré que l'on trouve la valeur la plus élevée de l'épaisseur d'une structure stratifiée du plan conçu lorsqu'elle est fabriquée à l'aide de 4 NCF et 2 tissus drainants. Ceci confirme l'hypothèse selon laquelle

⁶ Voir annexe 3

il y aurait bien une difficulté à comprimer la préforme lorsqu'on utilise 2 tissus drainants. Ce phénomène se voit plus clairement avec l'utilisation de 4 couches de NCF. L'interaction entre le nombre de tissus drainants et le nombre de NCF n'a aucune influence d'après les statistiques de l'ensemble du plan sur le taux volumique de porosités, mais les températures du procédé par contre en ont des effets.

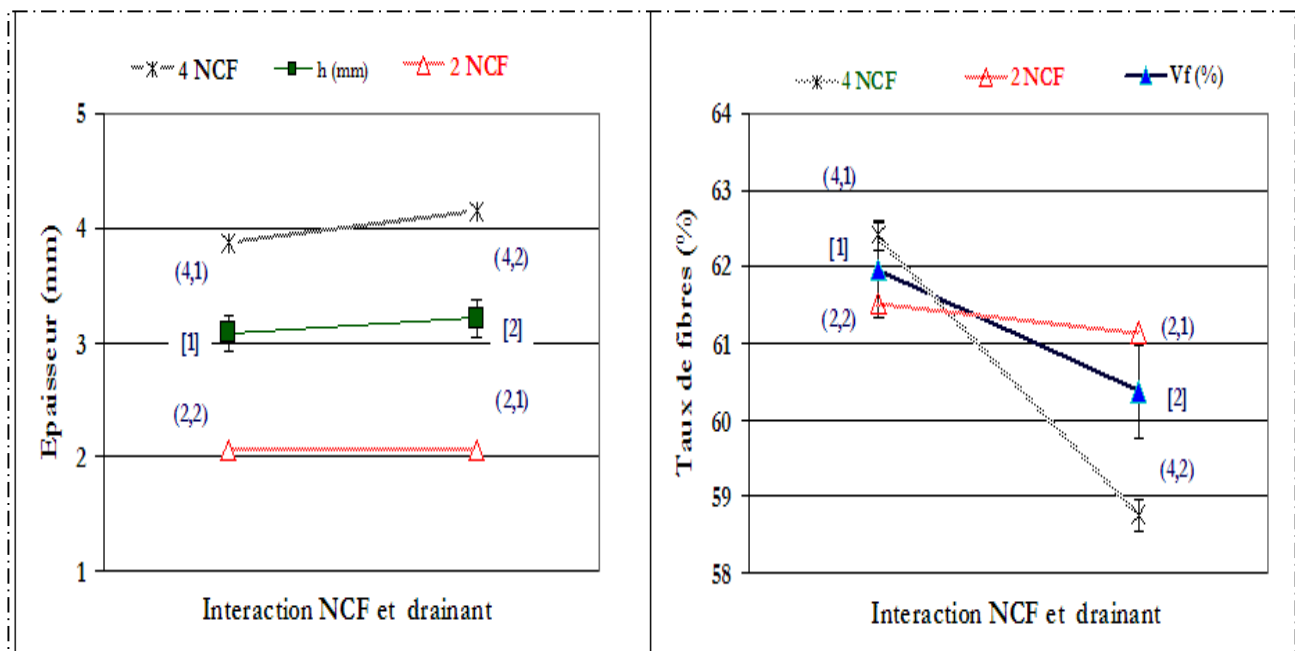


Figure 3.8 : Effets de l'interaction NCF et drainant sur l'épaisseur et le taux de fibres des stratifiés infusés

III.3.3 Influence des températures du procédé

La température du moule, la température d'injection et de cuisson de résine sont les températures du procédé utilisées pendant la fabrication des stratifiés par infusion de résine liquide. Au moins un des paramètres de ce groupe a une influence (TS , S ou PS) sur chacune des propriétés morphologiques des stratifiés infusés (tableau 3.4 et Eq. 3.5 à 3.8).

L'augmentation de la température du moule et de la température de cuisson engendre une augmentation de la température de transition vitreuse du stratifié infusé, ce qui est prévisible. En fait, lorsque le stratifié est infusé à température de moule élevée, l'écart entre elle et la température de cuisson est atténué, ce qui permet d'augmenter le degré de polymérisation du matériau d'augmenter la T_g . En outre, il est maintenant connu que de manière générale, une augmentation des températures de procédé provoque une expansion des porosités à l'intérieur du stratifié, d'où l'augmentation de V_p dans les résultats trouvés pour ce groupe avec la température d'injection et la température de cuisson.

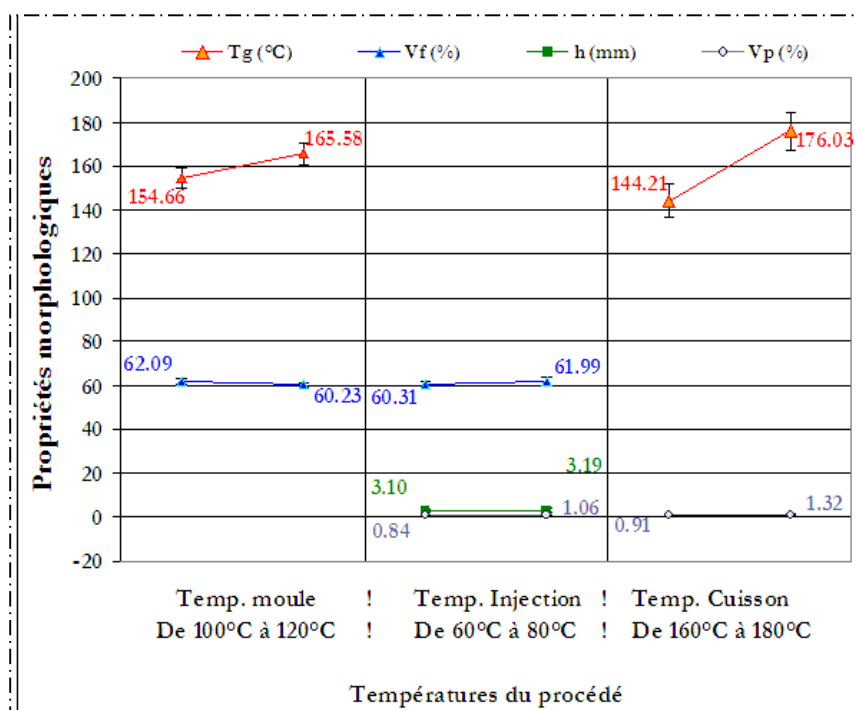


Figure 3.9 : Effets des températures du procédé sur les propriétés morphologiques des stratifiés infusés

L'analyse statistique des effets des groupes de paramètres procédés sur les propriétés des stratifiés infusés en préformes de carbone NCF cousus ou non cousus et d'époxy RTM 6 a été faite. Les résultats montrent une influence de chacun des groupes des paramètres procédés sur les caractéristiques mécaniques et/ou morphologiques du matériau. Une synthèse de cette analyse est donc nécessaire.

III.3.4 Synthèse de l'analyse statistique

Les calculs multilinéaires ont permis d'écrire les expressions des modèles réduits des propriétés caractérisées des stratifiés infusés cousus et non cousus en fonction des paramètres qui ont causé leurs variations très significatives, significatives, ou peu significatives. Les groupes de paramètres « *nature de la préforme* » et « *configuration du procédé* » ont de l'influence sur les deux types de propriétés des stratifiés tandis que les « *températures du procédé* » influencent essentiellement les propriétés morphologiques. L'interaction entre le nombre de couches de carbone NCF et le tissu drainant a aussi des effets uniquement sur certaines propriétés morphologiques des stratifiés telle que l'épaisseur et le taux volumique de fibres qui sont étroitement liés. Cet effet de l'interaction permet de comprendre les résultats de l'influence de la nature de la préforme sur ces quantités.

En ce qui concerne la **couture** en particulier, malgré le fait qu'elle engendre une **augmentation de l'épaisseur et une différence du taux de fibres de 1%** entre un stratifié infusé non cousu et un cousu, elle est en revanche **favorable à l'augmentation de la résistance maximale à rupture en compression et en cisaillement inter laminaire d'environ 9%** par rapport à leur moyenne générale du plan. La couture joue un rôle structurel en renforçant les interfaces des différentes couches de NCF dans le stratifié. Ce qui n'est pas le cas pour les non cousus dont les zones inter quadri axiaux sont fragilisées au cours de la sollicitation à cause de la présence des poches. Dans le cas des stratifiés infusés cousus étant sollicités en compression ou en cisaillement, les fils de couture renforcent cette zone en mode I et II. L'ensemble des résultats prédits par analyse statistique sont présentés aux tableaux 3.5 et 3.6.

Tableau 3.5 : Prévion des valeurs moyennes des propriétés mécaniques en fonction des paramètres influents

Paramètres procédés		Niveau de variation	Propriétés mécaniques					
			σ_t (MPa)	Ecart type (σ_t)	σ_c (MPa)	Ecart type (σ_c)	τ_{max} (MPa)	Ecart type (τ_{max})
Nature de la préforme	Nombre de NCF (NNCF)	2						
		4						
	Couture de préforme (Co)	Sans			443.61	20.28	40.89	3.07
		Avec			489.53	20.38	44.79	0.79
Configuration du procédé	Nombre de tissu drainant (Ntd)	1			486.56	23.29		
		2			446.58	23.40		
	Côté de plaque (Cp)	Vide	723.50	16.20				
		Injection	772.44	16.20				
	Niveau de vide (Nv)	Poussé					38.96	1.89
		Moins poussé					46.72	2.55
Températures du procédé	Température du moule (Tm)	100°C						
		120°C						
	Température d'injection (Ti)	60°C						
		80°C						
	Température de Cuisson (Tc)	160°C						
		180°C						
Interaction entre NCF et tissu drainant (Int NCF ; td)		1						
		2						
Constante (moyenne statistique)			747.97		466.57		42.84	

Tableau 3.6 : Pr vision des valeurs moyennes des propri t s morphologiques en fonction des param tres influents

Paramètres procédés		Niveau de variation	Propriétés morphologiques							
			T _g (°C)	Ecart type (T _g)	V _f (%)	Ecart type (V _f)	V _p (%)	Ecart type (V _p)	h (mm)	Ecart type (h)
Nature de la préforme	Nombres de NCF (N _{NCF})	2							2.24	0.03
		4							4.04	0.16
	Couture de préforme (C _o)	Sans	168.77	14.94	61.66	2.66			3.06	0.97
		Avec	151.47	14.91	60.66	0.77			3.22	1.00
Configuration du procédé	Nombre de tissu drainant (N _{td})	1			61.92	1.44			3.10	0.91
		2			60.40	2.34			3.18	1.05
	Côté de plaque (C _p)	Vide								
		Injection								
	Niveau de vide (N _v)	Poussé	171.05	14.72			0.80	0.30	2.94	0.81
		Moins poussé	149.19	15.13			1.43	0.35	3.35	0.18
Températures du procédé	Température du moule (T _m)	100°C	154.66	13.95	62.09	1.34				
		120°C	165.58	15.17	60.23	2.44				
	Température d'injection (T _i)	60°C			60.31	2.29	0.84	0.10	3.10	0.98
		80°C			61.99	1.07	1.06	0.10	3.19	0.99
	Température de Cuisson (T _c)	160°C	144.21	12.41			0.91	0.09		
		180°C	176.03	5.11			1.32	0.09		
Interaction entre NCF et tissu drainant (Int _{NCF ; td})		1			61.95	1.57			3.08	0.91
		2			60.37	1.80			3.21	1.05
Constante (moyenne statistique)			160.16		61.16		1.12		3.14	

Afin de valider tous ces r sultats et de pouvoir faire une proposition de conception des stratifi s infus s en g n ral en donnant quelques  l ments de choix des param tres ad quats de fabrication pour obtenir des meilleures propri t s, regardons au niveau microscopique le stratifi  infus  cousu.

III.4 ANALYSE MICROSCOPIQUE DES STRATIFIES INFUSES COUSUS

III.4.1 Analyse de la santé matière d'un stratifié infusé cousu

Des observations de la microstructure de la zone de couture de chaque stratifié infusé cousu et pour chacune des conditions de fabrication du demi-plan d'expériences supérieur sont réalisées. Les morphologies locales (structure générale, poches de résine et porosités) autour de la couture dans le plan et dans la direction de l'épaisseur du stratifié sont analysés. Les observations sont faites à l'aide d'un microscope électronique à balayage environnemental (MEBE)⁷.

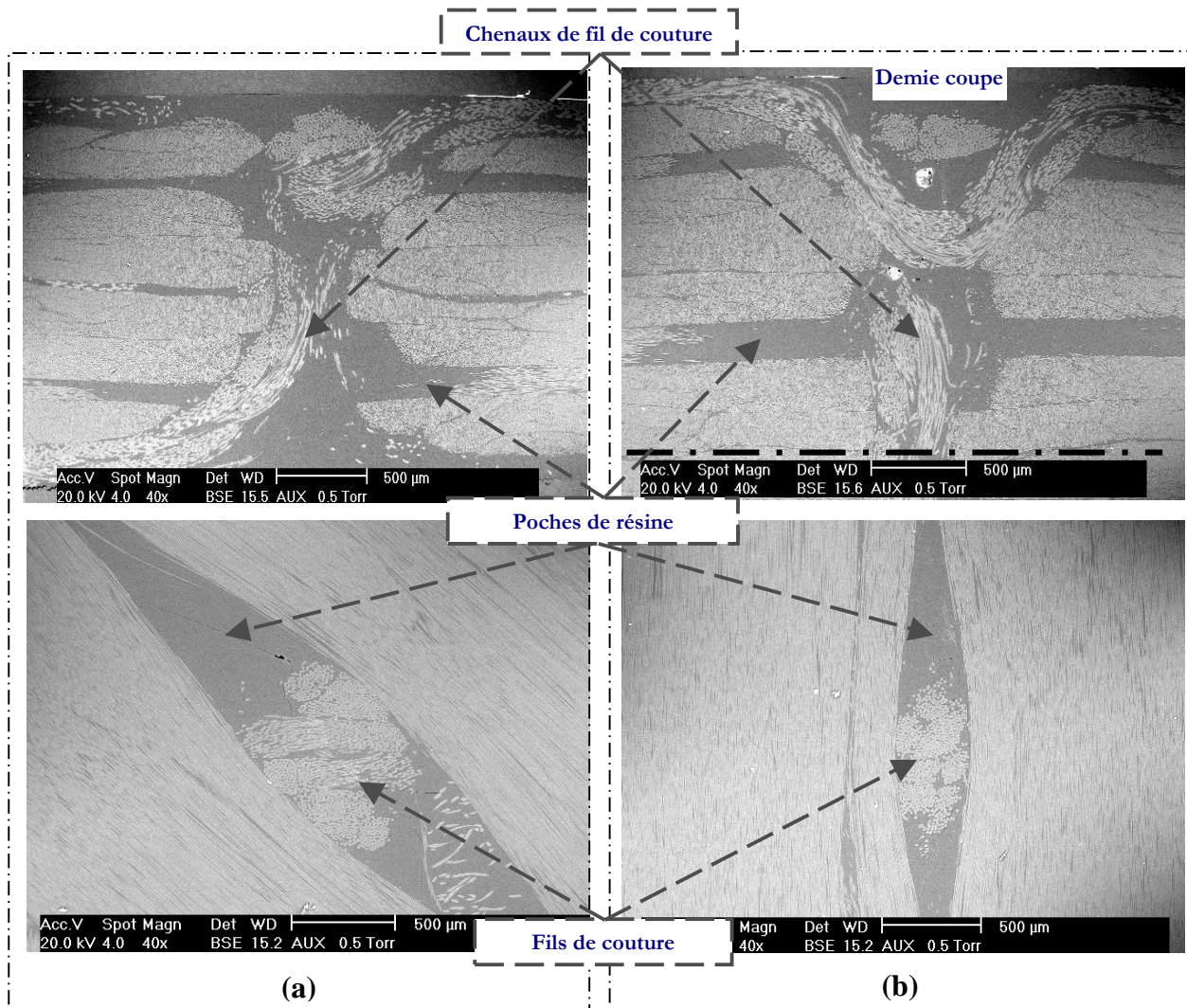


Figure 3.10 : Microstructure autour du fil de couture d'un stratifié infusé cousu (a) 2 NCF ; (b) 4 NCF

⁷ Voir annexe 4 partie A.4.2 pour plus de détails sur la méthode d'observations

Dans le plan de la structure stratifiée, la couture se voit sous la forme d'un œil tandis que dans l'épaisseur de la pièce, elle est représentée comme un chenal (figure 3.10). Quelque soit la direction d'observation choisie, on voit autour du fil des zones riches en résine ou des poches de résine dans un stratifié infusé cousu. Ces poches sont visibles au niveau de l'empilement $0^\circ/\pm 45^\circ$ quel que soit le nombre de couches de NCF de la préforme cousue pour ce plan de coupe. Elles correspondent à une vue de côté de l'« œil » dans le plan de coupe et d'observation des stratifiés. Une vue similaire serait également observée si la coupe était faite dans une autre direction ($\pm 45^\circ$ ou 90°). Ces zones riches en résine favorisent l'augmentation de l'épaisseur ce qui implique une diminution du taux de fibres. Cette observation apporte donc plus de compréhension au résultat statistique sur cette problématique.

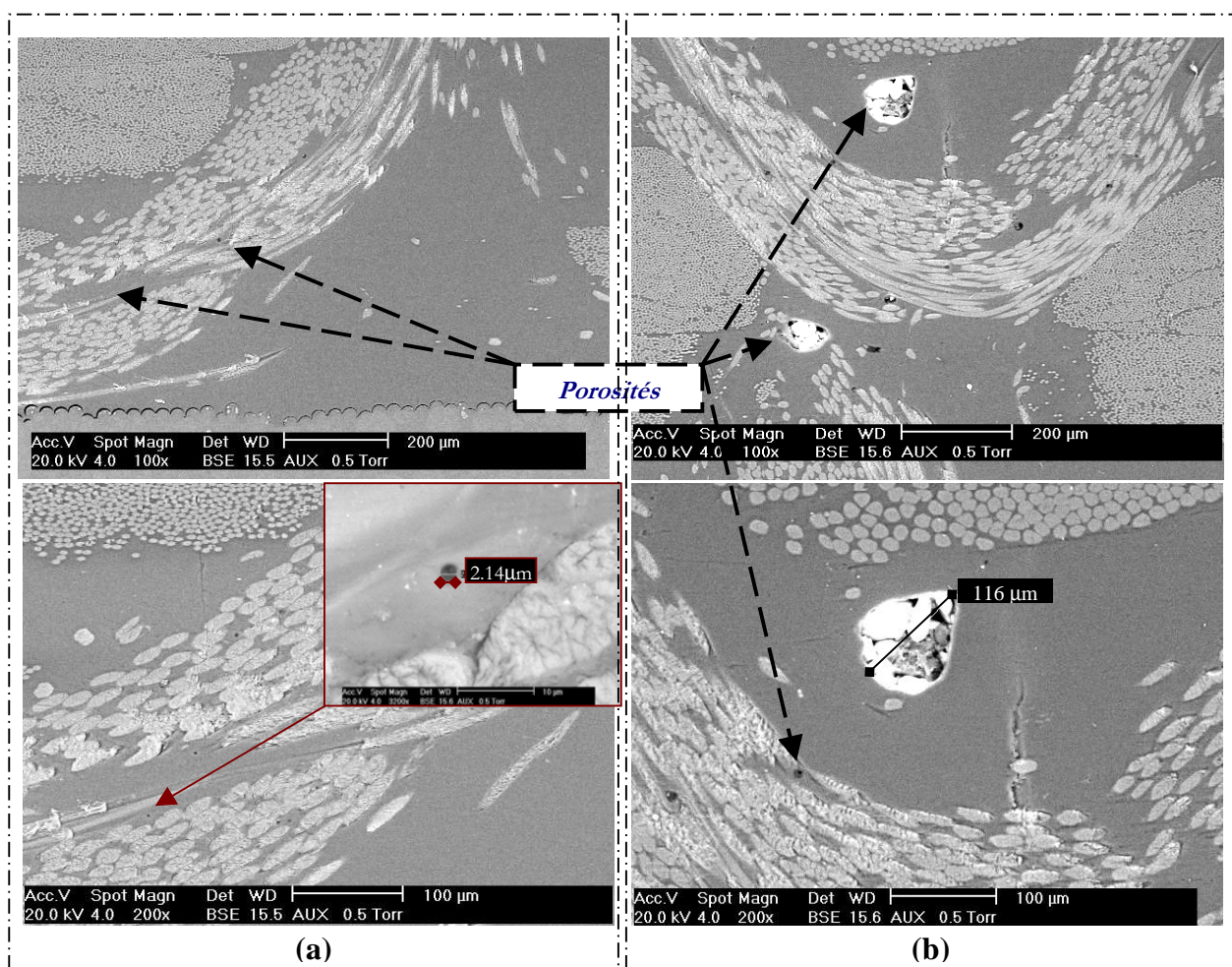


Figure 3.11 : Santé matière d'un stratifié infusé cousu : (a) 2 couches de NCF, (b) 4 couches de NCF

Les observations des stratifiés cousus relatives au niveau de vide sont les mêmes que celles des non cousus. Un niveau de vide poussé contribue à une stabilité dimensionnelle ce qui entraîne une augmentation du taux de fibres. Les fibres sont donc plus resserrées et les poches de résine prennent moins de place dans le stratifié. En revanche, l'on observe clairement autour des fils de couture, que les

porosités sont en nombre supérieur et de plus grosses tailles dans les poches de résine (par rapport à celles se trouvant dans les mèches). Ce phénomène est accentué lorsque le stratifié est constitué de 4 couches de NCF (figure 3.11). Cela concorde avec les valeurs hautes de taux de porosités trouvées pour les stratifiés cousus à 4 NCF par rapport à celles à 2 NCF (tableau 3.3 et figure 3.4). Regardons à présent les conséquences de tous ces phénomènes sur les propriétés mécaniques des stratifiés infusés cousus.

III.4.2 Effets de la santé matière sur les propriétés des stratifiés cousus

L'analyse de la santé matière des stratifiés cousus s'est focalisée sur l'observation des zones autour des fils de couture en surface (œil) et dans l'épaisseur (chenal). Après cette analyse, il apparaît l'existence des poches de résine généralement autour des fils de couture. Le chenal de fil est à la fois un conduit de résine pour celle qui vient de la surface de la pièce et pour celle qui s'infuse dans l'épaisseur (figure 3.12). Dans chaque pli, une infiltration plus rapide de la résine par rapport aux autres plis est favorisée par la présence de l'œil. Le fil de couture crée donc des macros espaces dans l'épaisseur du stratifié dans chaque pli. Le front de résine s'étend sur 4 fois l'épaisseur [Berthet, 2008] donc la configuration avec 4 mm d'épaisseur est plus favorable à l'emprisonnement d'air.

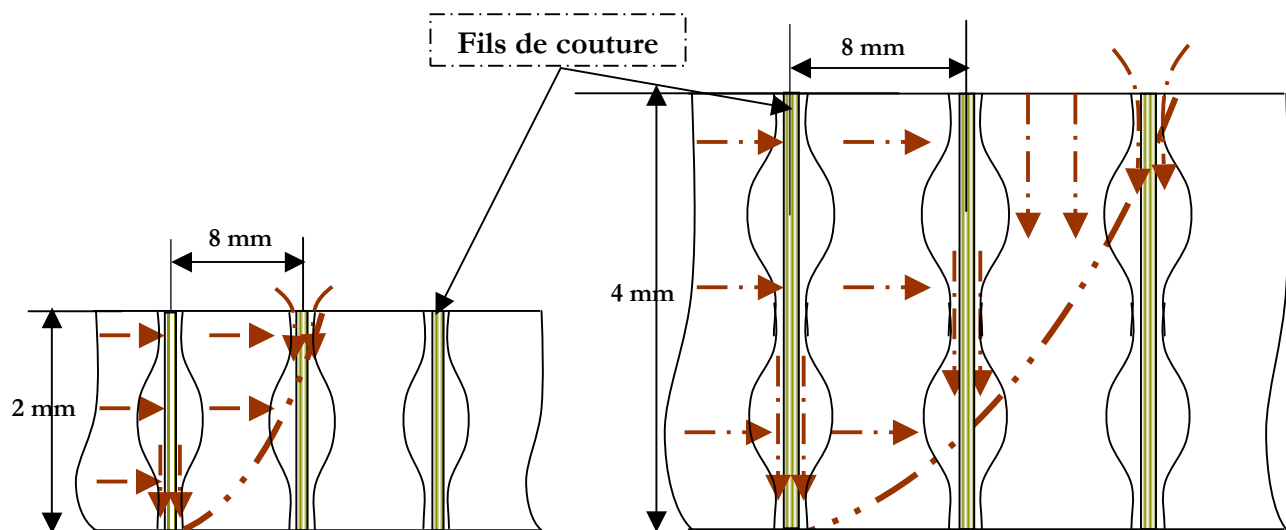


Figure 3.12 : Schéma d'infiltration de la résine dans des préforme de 2 NCF (gauche) et 4 NCF (droite)

En fonction des différentes vitesses de résine selon les stratifiés à infuser (configuration de l'interaction nombre de couches de NCF et nombre de tissus drainants) et vu le fait que l'infiltration de la résine dans la préforme fibreuse se fait à travers ces espaces macroscopiques se trouvant entre les mèches et les espaces microscopiques dans les fibres des mèches, il y a donc création des micros et/ou

des macros vides dans le matériau. Ces vides se créent principalement dans ces zones riches en résine qui favorisent l'expansion des porosités avec l'apport des températures du procédé. Ces phénomènes expliquent les différences de taux de porosités des stratifiés infusés en fonction des configurations. Un stratifié infusé avec 2 NCF et 2 tissus drainants a par exemple des vitesses de passage de résine plus élevées. En plus de son épaisseur faible qui permet de réduire la distance entre la partie saturée de résine du tissu drainant et celle de la préforme (rappel bibliographique à la partie I.3.3, figure 1.15), ce stratifié aura un taux de porosités moindre par rapport aux autres et particulièrement par rapport à ceux de 4 NCF. C'est également dû à l'emprisonnement d'air illustré à la figure 3.12. Mais au vu des résultats de l'analyse statistique, tant que ces taux de porosités restent inférieurs à 1%, leur conséquence sur les propriétés mécaniques n'est pas facilement décelable. Elle dépend aussi de la taille et de la localisation de ces porosités qui sont générés par d'autres paramètres procédés.

Il a été démontré dans l'analyse statistique que pour les stratifiés fabriqués à l'aide de la configuration 4 NCF et 1 drainant, les valeurs des taux de fibres étaient les plus élevées. Ces valeurs élevées de taux de fibres se traduisent directement par des températures de transition vitreuses élevées, et des résistances en traction et en compression élevées. La résistance au cisaillement inter laminaire est en grande partie influencée par le bon maintien du vide poussé dans la pièce, lequel joue sur la formation des porosités entre les plis du renfort cousu, donc sur le taux et la localisation des porosités à l'intérieur du stratifié infusé cousu.

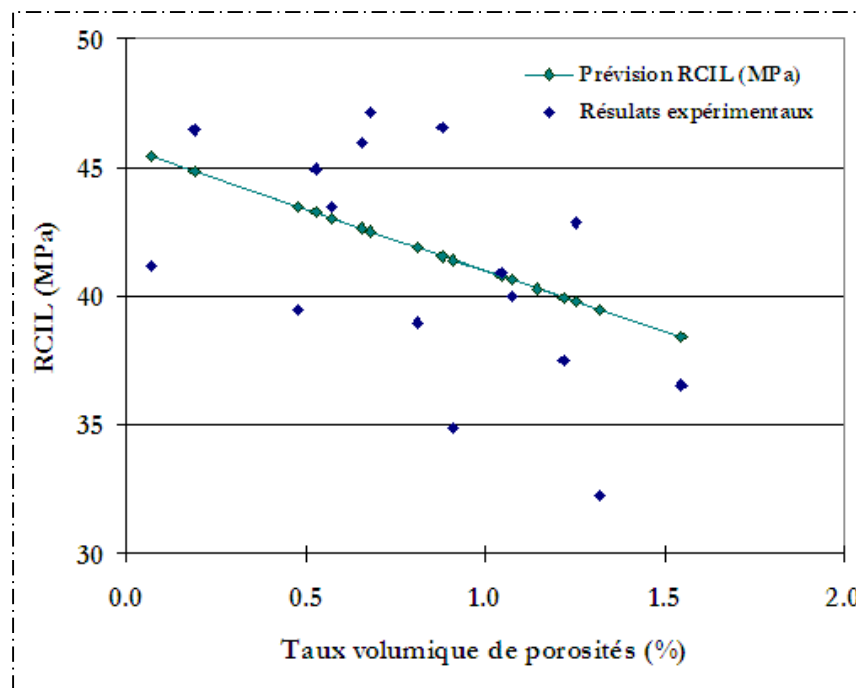


Figure 3.13 : Effet du taux de porosités sur la RCIL d'un stratifié infusé du cousu

L'on pourrait donc observer une diminution d'environ **4 MPa** de la RCIL par pourcentage de porosités du stratifié. On trouve alors une décroissance de la RCIL lorsque le taux de porosités croît (figure 3.13). Ce qui est déjà connu mais nous permet de confirmer nos résultats. Grâce à toutes ces analyses, nous pouvons donc faire une comparaison des résultats entre les stratifiés cousus et non cousus, puis choisir les paramètres qui seraient favorables aux propriétés des stratifiés infusés.

III.5 COMPARAISON ENTRE LES STRATIFIES INFUSES COUSUS ET NON COUSUS

Dans le chapitre précédent, l'analyse des effets des paramètres procédés a porté sur les stratifiés infusés non cousus pour tout le plan tandis que dans ce chapitre, il a s'agit de la partie inférieure du plan d'expériences précédent complété par la partie supérieure (demi-plan) des stratifiés infusés cousus. La comparaison entre les stratifiés infusés cousus (C_o) et non cousus (NC_o) a pour but dans un premier temps de connaître la tendance générale du plan d'expériences global avec l'incorporation des stratifiés cousus et ensuite la différence qu'il pourrait avoir entre les résultats des deux analyses statistiques.

Tableau 3.5 : Comparaison des propriétés mécaniques des stratifiés non cousus et cousus

Conditions de fabrication		Propriétés mécaniques moyennes								
N°	Exp.	σ_t NCo (MPa)	σ_t Co (MPa)	Variation σ_t	σ_c NCo (MPa)	σ_c Co (MPa)	Variation σ_c	τ_{max} NCo (MPa)	τ_{max} Co (MPa)	Variation τ_{max}
1	1V	716.44	692.76	-3.42%	312.64	489.22	36.10%	37.74	40.30	6.35%
2	1I	756.00	780.95	3.19%	478.40	438.17	-9.18%	34.66	45.28	23.45%
3	2V	692.85	759.74	8.80%	368.13	444.67	17.21%	38.27	46.21	17.18%
4	2I	773.18	742.26	-4.17%	475.13	550.23	13.65%	40.74	37.94	-7.38%
5	3V	796.32	789.84	-0.82%	387.81	496.95	21.96%	39.02	44.69	12.69%
6	3I	674.49	789.01	14.51%	442.68	558.38	20.72%	36.32	35.40	-2.60%
7	4V	597.24	741.87	19.49%	429.44	487.17	11.85%	41.07	15.04	-173.07%
8	4I	782.35	702.96	-11.29%	481.91	452.26	-6.56%	43.59	13.12	-232.24%
9	5V	740.45			422.17			36.60		
10	5I	772.52			451.67			36.33		
11	6V	577.47			400.44			31.23		
12	6I	805.24			433.08			39.62		
13	7V	753.92			487.25			42.82		
14	7I	784.43			487.29			41.65		
15	8V	727.16			439.64			46.31		
16	8I	802.15			393.11			41.08		
Moyennes		745.49	747.97	+0.33%	419.54	466.64	+10.09%	39.37	40.53	+2.86%

Le tableau 3.5 présente en terme de comparaison une augmentation générale avec la couture de la moyenne des propriétés mécaniques de tout le plan. Ainsi, l'on peut conclure que **la couture**, à quelques exceptions près, **améliore les propriétés dans le plan des stratifiés infusés**. En revanche, concernant leurs propriétés morphologiques (tableau 3.6), la couture n'a pas un effet distinctif sur celles-ci de manière générale, mais il est à noter une augmentation du taux de porosités par expérience. Une baisse générale de la T_g est aussi remarquée et pourrait être due au changement de lieu de fabrication et aux conditions climatiques pendant la mise en œuvre de ces stratifiés cousus (isolation moindre dans la salle de fabrication, température ambiante basse). La cause exacte de cette baisse importante reste donc à approfondir.

Tableau 3.6 : Comparaison des propriétés morphologiques des stratifiés non cousus et cousus

Conditions de fabrication		Propriétés morphologiques moyennes											
N°	Exp.	T_g NC _o (°C)	T_g C _o (°C)	Variation T_g	h NC _o (mm)	h C _o (mm)	Variation h	V_f NC _o (%)	V_f C _o (%)	Variation V_f	V_p NC _o (%)	V_p C _o (%)	Variation V_p
1	1V	184.25	121.55	-51.58%	2.09	2.10	0.58%	62.54	59.08	-5.86%	0.68	0.25	-178.92%
2	1I	166.90	114.50	-45.76%	2.03	2.09	2.76%	62.80	59.97	-4.73%	0.36	0.58	38.47%
3	2V	187.80	160.40	-17.08%	2.05	2.10	2.59%	60.35	60.59	0.39%	0.40	0.79	49.10%
4	2I	193.90	180.75	-7.28%	2.08	2.06	-0.97%	60.05	61.16	1.82%	0.55	1.01	45.45%
5	3V	159.00	184.75	13.94%	3.88	4.02	3.40%	63.77	61.60	-3.53%	0.90	1.24	27.74%
6	3I	185.40	177.65	-4.36%	3.89	3.88	-0.29%	64.59	62.31	-3.66%	1.01	1.42	28.94%
7	4V	157.20	140.65	-11.77%	3.98	4.02	0.94%	61.87	61.70	-0.27%	0.11	1.04	89.42%
8	4I	171.35	119.35	-43.57%	3.95	4.12	4.10%	63.03	58.90	-7.00%	0.45	1.26	64.42%
9	5V	193.80			2.02			64.33			1.19		
10	5I	180.65			2.04			65.37			1.02		
11	6V	161.25			2.05			61.30			0.59		
12	6I	172.55			2.04			62.11			0.73		
13	7V	139.75			3.81			63.47			0.15		
14	7I	154.80			3.77			62.88			0.80		
15	8V	182.20			4.27			57.16			2.97		
16	8I	155.00			4.18			56.64			0.18		
Moyennes		171.61	169.01	-1.54%	3.01	3.04	0.91%	62.02	61.16	- 1%	0.77	0.95	18.95%
Moyennes 4 NCF					3.97	4.01	1.41%						
Moyennes 2 NCF					2.05	2.06	0.49%						

Si on regarde à présent la synthèse des analyses statistiques des deux plans d'expériences (tableau 3.7), on remarque que les résultats se tiennent et convergent tous vers les mêmes conclusions. A l'aide de l'infusion de résine liquide, les stratifiés cousus et non cousus en préforme de carbone NCF avec une résine époxy RTM 6 ont été fabriqués et les influences des paramètres procédés ont été déterminées sur les deux plans d'expériences avec une bonne corrélation des résultats. Ainsi les stratifiés fabriqués ont des taux volumiques de fibres de l'ordre de plus de **60%** et des **taux volumiques de porosités moins de 1%**. Ces indices de qualité des pièces aéronautiques, nous permettent d'affirmer que le procédé est industrialisable.

Tableau 3.7 : Synthèse des analyses statistiques des stratifiés infusés non cousus et cousus

Paramètres procédés		Propriétés mécaniques						Propriétés morphologiques							
		σ_t		σ_c		τ_{max}		T_g		V_f		V_p		h	
		NCo	Co	NCo	Co	NCo	Co	NCo	Co	NCo	Co	NCo	Co	NCo	Co
Nature de la préforme	Nombre de NCF (N_{NCF}) : De 2 à 4					TS (+)		TS (-)						TS (+)	TS (+)
	Couture (C_o) « Sans » à « avec »				TS (+)		S (+)		S (-)		TS (-)				TS (+)
Configuration du procédé	Nombre de tissu drainant (N_{td}) : De 1 à 2				S (-)						TS (-)			TS (+)	TS (+)
	Côté de plaque (C_p) : Du vide à l'injection	S (+)	TS (+)	S (+)											
	Niveau de vide (N_v) : Du poussé au moins					TS (+)	TS (+)		S (-)	TS (-)		S (+)	S (+)	TS (+)	TS (+)
Températures du procédé	Température du moule (T_m) : De 100°C à 120°C								PS (+)	TS (-)	TS (-)	S (+)		TS (+)	
	Température d'injection (T_i) : De 60°C à 80°C									TS (+)	TS (+)	S (+)	S (+)		TS (+)
	Température de Cuisson (T_c) : De 160°C à 180°C							TS (+)	TS (+)				S (+)	TS (+)	
Interaction ($Int_{N_{NCF},td}$) ((2,2), (4,1)) et ((2,1), (4,2)) : De 1 à 2										TS (-)	TS (-)			TS (+)	TS (+)

III.6 CONCLUSION GENERALE SUR LES STRATIFIES INFUSES COUSUS ET NON COUSUS

Ce chapitre a concerné l'étude des effets des paramètres procédés d'infusion de résine liquide sur les stratifiés non cousus et cousus mis en œuvre à base de fibres de carbone NCF et de résine époxy RTM 6. Le principal objectif a été de comparer les résultats de caractérisation et d'analyses statistiques des plans d'expériences des tables de Taguchi L_{16} dont le premier comporte en totalité les stratifiés infusés non cousus et le second les stratifiés infusés cousus pour la demi-partie supérieure du plan. Seuls ces derniers ont été fabriqués et caractérisés à nouveau. La fabrication a été faite avec des préformes de 2 et de 4 couches de NCF cousues en « *point noué modifié* ». Les résultats de caractérisation des stratifiés infusés cousus ont été rajoutés à ceux de la partie inférieure du plan des non cousus pour l'analyse statistique.

Neuf paramètres procédés ont donc été analysés dans cette étude. La *couture* a été rajoutée comme paramètre du groupe de la *nature de la préforme* au *nombre de couches de carbone NCF* pour analyser ses effets en plus des autres paramètres étudiés dans le chapitre précédent classés en groupe de *configuration du procédé* (*côté de la plaque, nombre de couches de tissu drainant, niveau de vide*), *températures du procédé* (*température du moule, température d'injection et température de cuisson*) ainsi que l'*interaction entre le nombre de couches de NCF et de tissu drainant*.

Les paramètres de la nature de la préforme et de la configuration du procédé ont chacun au moins une influence sur les propriétés mécaniques et morphologiques des stratifiés infusés. La **couture en particulier est bénéfique** pour leurs propriétés dans le plan en l'occurrence celles **en compression et en cisaillement inter laminaire**, car elle permet de renforcer l'interface entre les couches des NCF qui sont généralement des zones riches en résine, donc fragile au cours de ces sollicitations pour des non cousus. En revanche, elle engendre une baisse du taux volumique de fibres due à l'augmentation de l'épaisseur. Cette augmentation est causée par la présence de plusieurs poches de résine autour des fils de couture dans le stratifié. Par ailleurs lorsque ces stratifiés sont infusés avec un niveau de vide poussé, ils ont des meilleures propriétés morphologiques et une bonne stabilité dimensionnelle. Les températures du procédé ont une influence principalement sur les propriétés morphologiques des stratifiés infusés ainsi que l'interaction entre le nombre de NCF et le nombre de drainant. En dehors des effets positifs des températures du procédé avec des valeurs toutes élevées sur la *température de*

transition vitreuse, globalement, leur utilisation à ces valeurs pour la fabrication des stratifiés infusés n'est pas conseillée. Lorsqu'elles sont toutes à des valeurs hautes, la santé matière des structures composites est fortement détériorée et ceci notamment pour des grandes épaisseurs.

Les analyses statistique et microscopique des stratifiés cousus et non cousus ont permis de donner une proposition de choix des paramètres qui maximiseraient les propriétés des stratifiés infusés. D'une manière générale, les stratifiés infusés cousus ont des meilleures propriétés morphologiques et par conséquent une meilleure santé matière lorsqu'ils sont plus stables en dimensions (avec des écarts types et des différences d'épaisseurs entre les côtés réduits), mieux réticulés (T_g supérieure à la moyenne prévisionnelle du plan) avec des taux volumiques en porosités faibles ($V_p \leq 1\%$) et des taux de fibres élevées ($V_f \geq 60\%$). Ainsi, il serait préférable de choisir les paramètres procédés suivants pour pouvoir maximiser les propriétés des stratifiés infusés cousus :

- ✓ *Un niveau de vide poussé et uniforme dans toute l'enceinte d'infusion ;*
- ✓ *Une différence de valeurs entre les températures de moule et d'injection le plus faible possible*
- ✓ *Une vitesse de remplissage adaptée à la minimisation des porosités*
- ✓ *Une préforme structurelle cousue située à mi- distance entre le point d'entrée et de sortie de résine.*

Dans le chapitre suivant, nous nous intéresserons, pour les mêmes types de stratifiés infusés de résine liquide, à l'effet du renforcement transversal par couture sur leurs propriétés à l'impact et en compression après impact (CAI). Seuls quelques-uns des paramètres procédés parmi ceux identifiés seront choisis pour faire l'objet de cette nouvelle étude, à travers un nouveau plan d'expériences.

III.7 REFERENCE

Berthet, "*Calculs Et Expériences Sur Le Profil Du Front De Résine En Infusion.*" Revue des composites et des matériaux avancés 18, (3), 2008.

CHAPITRE IV

ETUDE DU COMPORTEMENT A L'IMPACT ET EN COMPRESSION APRES IMPACT (CAI) DES STRATIFIES INFUSES NON COUSUS ET COUSUS

Introduction	139
IV.1 Méthode d'infusion et de caractérisations des plaques pour impact et CAI	141
IV.2 Résultats d'essais de caractérisation des plaques cousues et non cousues	148
IV.3 Analyses statistiques des résultats d'impact et de compression après impact ..	152
IV.4 Analyses microscopiques des plaques impactées	158
IV.5 Conclusion de l'étude sur l'impact et la CAI des stratifiés infusés	164
IV.6 Référence.....	165

INTRODUCTION

Dans le contexte de l'étude, qui apporte sa contribution au développement des procédés hors-autoclave dans le monde aéronautique, il était essentiel de tenter d'établir un lien entre un certain nombre de paramètres procédés et le comportement à l'impact et en compression après impact (CAI) de ces stratifiés infusés. Ce sont en effet des comportements dont la connaissance est essentielle au dimensionnement des structures aéronautique et la question légitime est de savoir si de nouvelles méthodes de fabrication ont une influence ou non. La méthode générale, l'outillage et la procédure de fabrication, ainsi que les précautions à prendre pour leur mise en oeuvre restent les mêmes que celles présentées dans les chapitres précédents. La méthode des plans d'expériences de Taguchi sera donc à nouveau utilisée.

En premier lieu, les paramètres procédés choisis pour la construction du plan d'expériences relatif à cette étude seront présentés. Il est connu que la couture a un effet positif sur le comportement à l'impact et les effets de cette technologie seront analysés. Le mode et le type de couture restent les mêmes que ceux décrits précédemment. Seule la géométrie de couture change pour avoir le même alignement et le même nombre de point de couture par éprouvette à tester. Les plaques infusées seront donc impactées à basse vitesse sur le principe d'un poids tombant puis, caractérisées pour avoir leur résistance en compression résiduelle ou RCAI. Les détails de ces méthodologies d'essais spécifiques au monde aéronautique sont présentés en annexe.

Les indicateurs retenus pour l'analyse des effets des paramètres procédés sur le comportement à l'impact seront les quantités mesurables pendant et après l'essai, à savoir :

- ✓ *Le déplacement maximal de l'impacteur pendant l'impact ;*
- ✓ *L'indentation permanente de la structure ou sa profondeur d'empreinte* mesurée 24H après l'impact. En l'état actuel de la recherche, les mécanismes de formation de cette indentation ne sont pas clairement identifiés. Toutefois, [Abdallah *et al.*, 2009] ont montré que dans le cas d'un stratifié fortement orienté, un phénomène de blocage de débris était susceptible de jouer un rôle.
- ✓ *L'énergie absorbée par la structure durant l'impact¹.* Celle-ci correspond globalement à l'énergie qui a été nécessaire pour créer les différents dommages d'impact (délaminage, fissuration matricielle, rupture de fibres) sans pouvoir les dissocier quantitativement.
- ✓ *La surface délaminée mesurée après impact.* Cette quantité obtenue par C-Scan des éprouvettes impactée correspond en fait à la surface projetée des différents délaminages superposés de

¹ Voir plus d'explication sur le calcul de l'énergie en annexe A.2.4

formes complexes se produisant aux diverses interfaces du stratifié. C'est un indicateur usuel de quantification des dommages d'impact.

- ✓ *La contrainte moyenne de compression après impact sera aussi mesurée.* Elle correspond à la contrainte à rupture des éprouvettes dans un montage technologique couramment utilisé par les avionneurs (essai « Boeing ») et permettant aussi une comparaison qualitative entre les diverses solutions stratifiées ou sandwich.

Finalement, quelques analyses qualitatives micrographiques seront faites de manière à compléter l'analyse statistique et des conclusions seront tirées.

IV.1 METHODE D'INFUSION ET DE CARACTERISATIONS DES PLAQUES POUR IMPACT ET CAI

IV.1.1 Identification des paramètres procédés et de fabrication pour cette étude

Pour limiter la taille du plan d'expériences, un choix parmi les 8 paramètres procédés déjà identifiés et étudiés a été effectué. Dans le cadre de cette étude, il s'agit de regarder *l'effet des paramètres sur les propriétés à l'impact et en post-impact*, tout en conservant une bonne santé matière du stratifié infusé. On se propose d'examiner les effets des paramètres suivants :

- ✓ *La couture (C_o)* de la préforme car son effet sur le comportement à l'impact est connu.
- ✓ *Le nombre de tissu drainant (t_d)* : « 1 couche » ou de « 2 couches ». Il a été montré son influence sur les caractéristiques morphologiques.
- ✓ *Le côté de la plaque (C_p)* : les préformes sont disposées soit du « côté aspiration du vide » soit du « côté injection de résine ». De la même manière, ce paramètre a été jugé significatif sur les propriétés mécaniques

Pour étudier l'effet de la santé matière, ces paramètres procédés, dont l'influence est évidente, ont été choisis :

- ✓ *Le niveau de vide (N_v)* ;
- ✓ *La température de cuisson (T)* de la résine fixée ici aux deux valeurs de 160°C ou de 180°C pendant la phase de maintien lors du cycle de polymérisation de la résine sur la table chauffante. Cette température a été trouvée dans les chapitres précédents comme ayant des effets très significatifs sur les propriétés morphologiques des stratifiés infusés. La variation de ses valeurs sera encore approfondie dans ce cas d'étude.

Au final, ce sont donc 5 paramètres procédés appelés « paramètres d'analyse » dans le plan d'expériences pour ce chapitre qui serviront à la mise en œuvre des stratifiés infusés destinés à l'impact et à la CAI selon plusieurs conditions de fabrication différentes.

Afin de pouvoir effectivement fabriquer ces stratifiés par infusion de résine liquide, il est aussi nécessaire de fixer les valeurs des autres paramètres appelés ici « paramètres pour la fabrication ». Ainsi,

dans la même approche que celle du second critère de choix des paramètres d'analyse, et selon les normes relatives aux essais de caractérisations² à faire, nous aurons pour fabriquer ses stratifiés infusés :

- ✓ 4 couches de carbone NCF en préforme non cousues ou cousues
- ✓ Une température de moule à 100°C ;
- ✓ Une température d'injection de résine à 80°C.

Les températures du procédé choisies ici sont celles pour lesquelles, dans les analyses des résultats des plans d'expériences précédents, les valeurs de taux de fibres étaient maximales pour tous les stratifiés infusés et les taux de porosités acceptables notamment pour les stratifiés infusés cousus.

IV.1.2 Choix des paramètres d'essai d'impact pour cette étude

Le choix de la géométrie générale des éprouvettes d'impact et de compression après impact est imposé par la norme « Boeing » précisée en annexe. Le nombre de couches de NCF a été fixé à 4 soit 16 plis car il faut une plaque assez résistante en pratique et l'objectif n'est pas ici de faire une étude spécifique sur le comportement à l'impact mais de détecter l'effet des conditions de fabrication.

L'étape suivante a consisté à choisir l'énergie d'impact. Celle-ci a été fixée en se donnant comme critère le BVID (Barely Visible Impact Damage). Cette notion correspond à une empreinte détectable en service par les compagnies. Il est admis qu'un enfoncement de 0.2 à 0.23 mm est détectable à 2 m de distance alors qu'un enfoncement de 0.1 mm n'est détectable qu'en inspection détaillée. C'est un critère d'essence essentiellement pratique mais sur lequel est basée toute la notion de tolérance aux dommages des structures aéronautiques faute de mieux pour l'instant. Il ne préjuge en rien de l'état exact d'endommagement de la structure. Dans cette étude plusieurs essais successifs ont été réalisés pour obtenir des dommages significatifs et une empreinte résiduelle supérieure à 0.3 mm donc supérieure au BVID. Par cette méthode, l'énergie d'impact a été fixée à 35 Joules. Cette énergie correspond avec la méthode du poids tombant pour la masse de l'impacteur utilisé à une vitesse d'impact d'environ 4 m/s.

IV.1.3 Plan d'expériences pour l'impact et la CAI

Le plan d'expériences pour la fabrication des stratifiés infusés à impacter est une table de Taguchi de type $L_8(2^7)$ qui comporte 5 colonnes de paramètres procédés d'analyse et 8 lignes d'expériences de fabrication. 2 lignes supplémentaires sont encore ajoutées à cette table pour vérifier les résultats lors de l'analyse statistique.

² Voir les annexes A.2.5 et A.2.6

Tableau 4.1 : Plan d'expériences des stratifiés infusés pour impact et CAI : table de Taguchi $L_8(2^7)$

Conditions de fabrication		Paramètres d'analyse					Paramètres pour la fabrication		
N°	Exp.	Couture	Temp. cuisson (°C)	Nombre de tissus drainants	Côté de plaque	Niveau de vide (mbar)	Nombre de N.C.F	Temp. moule (°C)	Temp. injection (°C)
1	CAI 1V	Sans	180	1	Vide	1.3	4	100	80
2	CAI 1I	Sans	180	1	Injection	1.3	4	100	80
3	CAI 2V	Sans	160	2	Vide	1.4	4	100	80
4	CAI 2I	Sans	160	2	Injection	1.4	4	100	80
5	CAI 3V	Avec	180	2	Vide	1.6	4	100	80
6	CAI 3I	Avec	180	2	Injection	1.6	4	100	80
7	CAI 4V	Avec	160	1	Vide	1.4	4	100	80
8	CAI 4I	Avec	160	1	Injection	1.4	4	100	80
9	CAI 5V	Avec	170	2	Vide	1.3	4	100	80
10	CAI 5I	Avec	170	2	Injection	1.3	4	100	80

IV.1.4 Fabrication des plaques à impacter

Les stratifiés infusés destinés aux essais d'impact puis de CAI sont fabriqués sur le même dispositif d'outillage que celui présenté dans les chapitres II et III et en suivant les mêmes précautions. Les préformes par contre sont constituées uniquement de 4 couches de NCF.

IV.1.4.1 Couture sur préforme de pièces à impacter

En suivant le même protocole expérimental de mise en œuvre (première étape : découpage et drapage), les préformes à 4 couches de NCF sont formées par empilement en symétrie miroir des plis des couches de tissus NCF découpées par $400 \times 150 \text{ mm}^2$, puis cousues. La couture en *point noué modifié*³ avec du fil kevlar⁴ est faite dans le sens de la longueur des préformes (400 mm) en lignes droites parallèles à l'aide de la même machine à coudre industrielle. La longueur entre deux points successifs et l'espacement entre deux lignes de couture faisant toujours une même distance de 8 mm. La géométrie de la figure 4.1 est respectée pour toutes les préformes destinées à la fabrication des stratifiés à impacter. Ainsi, chaque préforme a servi à la fabrication de 2 plaques normalisées de $150 \times 100 \times 4 \text{ mm}^3$. Chaque plaque est constituée de 12 lignes de couture dont les points consécutifs sont espacés de 8 mm. Cette configuration a permis d'avoir un renforcement uniforme de toute la pièce structurale dans son épaisseur.

³ Voir étude bibliographique partie 1.4 pour les types de couture

⁴ Voir annexe 1 pour le type de fil de couture

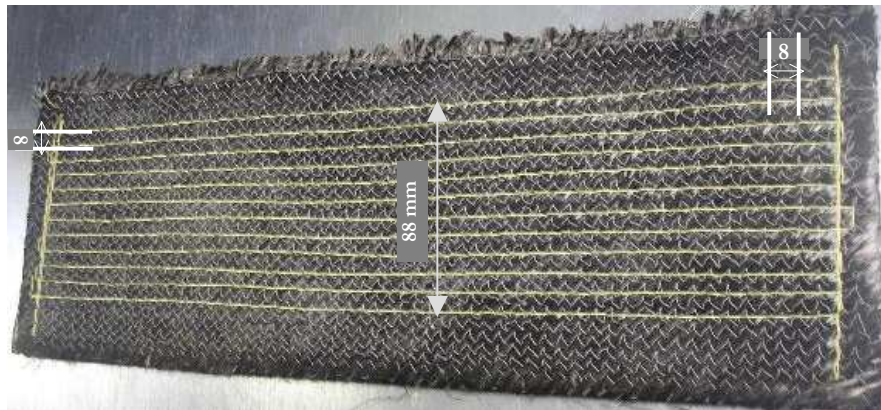


Figure 4.1 : Géométrie de couture sur préformes de carbone à 4 NCF pour impact et CAI

IV.1.4.2 Procédure de fabrication des plaques à impacter

La procédure et les précautions de fabrication restent les mêmes. Le drapage des préformes non cousues ou cousues se fait *du côté vide et du côté injection* de résine sur un moule en aluminium posé sur la table chauffante (figure 4.2), en utilisant *1 ou 2 tissus drainants*. La mise sous vide de l'enceinte bâche et moule est exécutée jusqu'à l'atteinte d'un *niveau de vide inférieur à 2 mbar* selon les possibles capacités d'étanchéité. L'injection et l'infusion de la résine est faite à température de 80°C et la polymérisation à température de cuisson prescrite par la condition du plan d'expériences à effectuer. Le refroidissement est toujours à température ambiante. Comme précédemment, aucune post-cuisson n'est réalisée pour ne pas estomper les effets de la température de cuisson dans le stratifié lors de l'analyse des résultats.

Cette procédure est répétée par condition de fabrication *trois fois* afin d'obtenir le nombre adéquat de plaque infusée pour pouvoir découper les éprouvettes et avoir le nombre prescrit (6) par la norme *Airbus AITM 1-0010* pour les essais. Rappelons ici qu'une plaque infusée ne peut contenir que 2 éprouvettes à impacter. 30 plaques de $400 \times 150 \times 4 \text{ mm}^3$ pour les essais d'impact et de CAI ont donc été fabriquées dont 12 plaques avec des préformes non cousues et 18 plaques avec des préformes cousues. Ces plaques sont ensuite découpées aux dimensions des éprouvettes pour leur caractérisation.

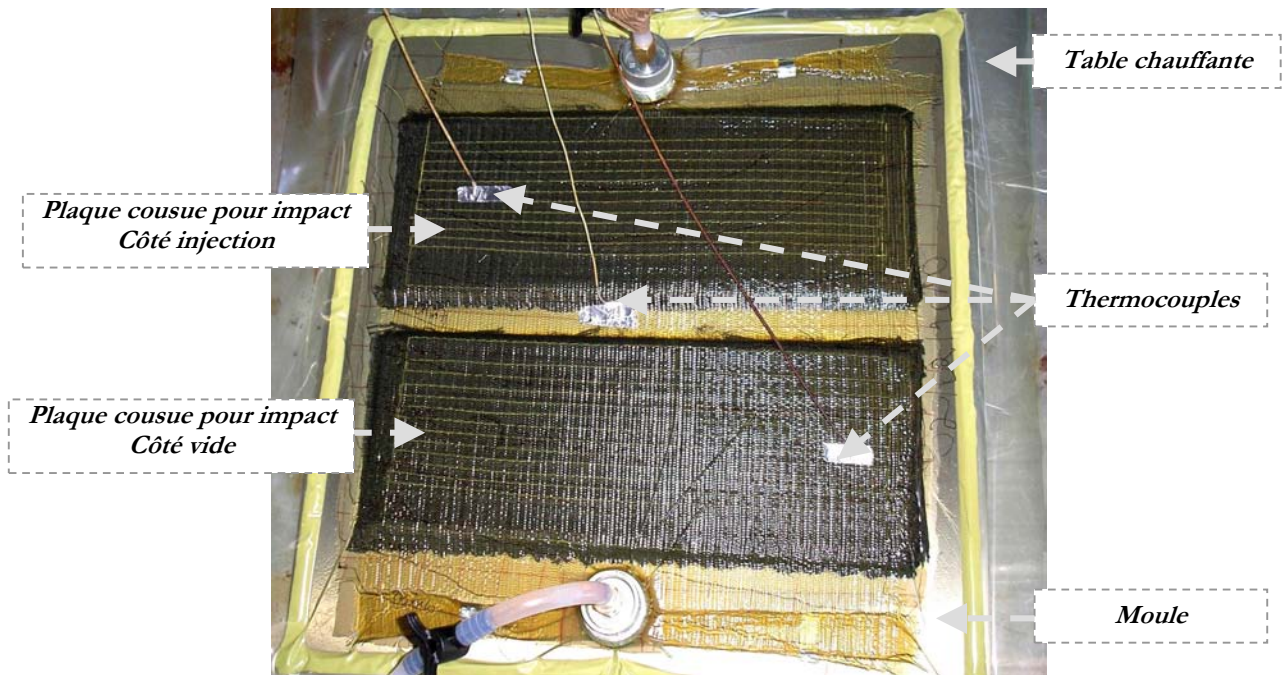


Figure 4.2 : Plaques de stratifiés infusés cousus de 4 couches de carbone NCF et d'époxy RTM 6 pour impact et CAI

IV.1.5 Expertise sur les éprouvettes

Toutes les éprouvettes (stratifiés non cousus et cousus) sont découpées de la même manière et aux mêmes dimensions de $150 \times 100 \text{ mm}^2$. Ces découpes sont faites en série en suivant le plan de découpe de la figure 4.3. La précaution prise est de centrer les éprouvettes sur les plaques de façon à avoir des lignes de fils de couture distantes du bord d'à peu près $6 \pm 1 \text{ mm}$ de dépassement (figure 4.4). Les éprouvettes sont ainsi obtenues, ensuite polies, nettoyées, puis mesurées et contrôlées⁵.

Les essais de compression après impact sont difficiles à réaliser car ce sont des essais de type structures. De part la nature du moyen d'essai et d'après l'expérience du laboratoire, il est important d'avoir deux faces bien parallèles au niveau de l'appui et de la face chargée en compression. Aussi, ces éprouvettes ont été rectifiées chez un usineur sous-traitant après les essais d'impact (pour compenser une déformation globale résiduelle éventuelle).

⁵ Voir Annexe 4 pour les méthodes et moyens de contrôle

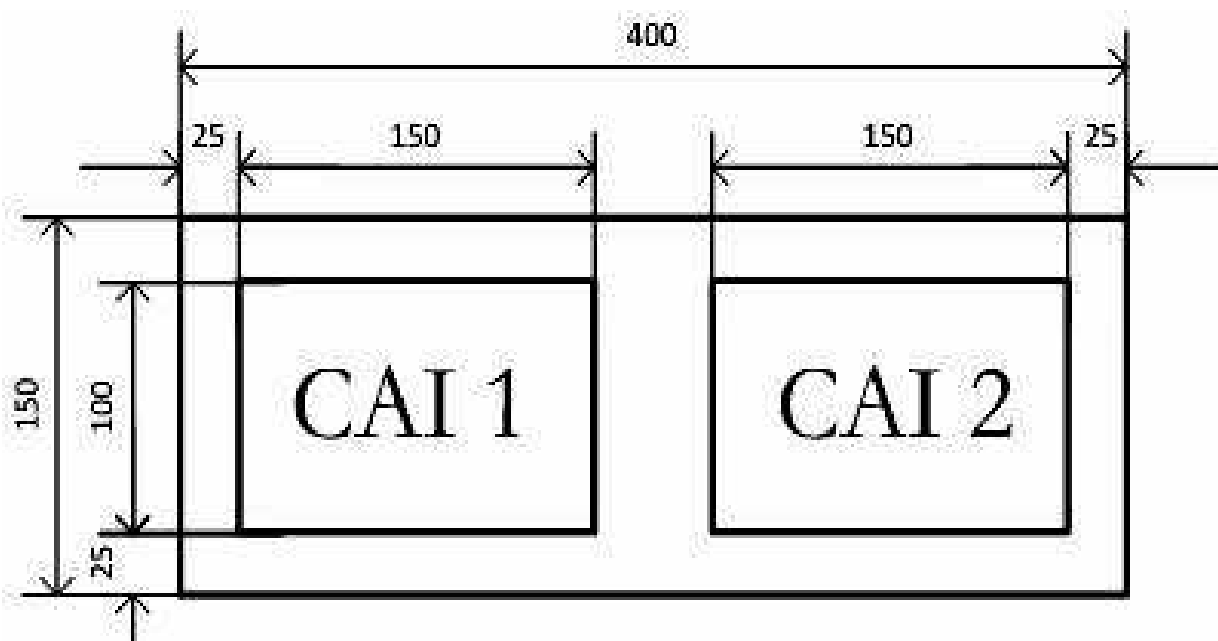


Figure 4.3 : Plan de découpe des éprouvettes pour essais d'impact et de CAI

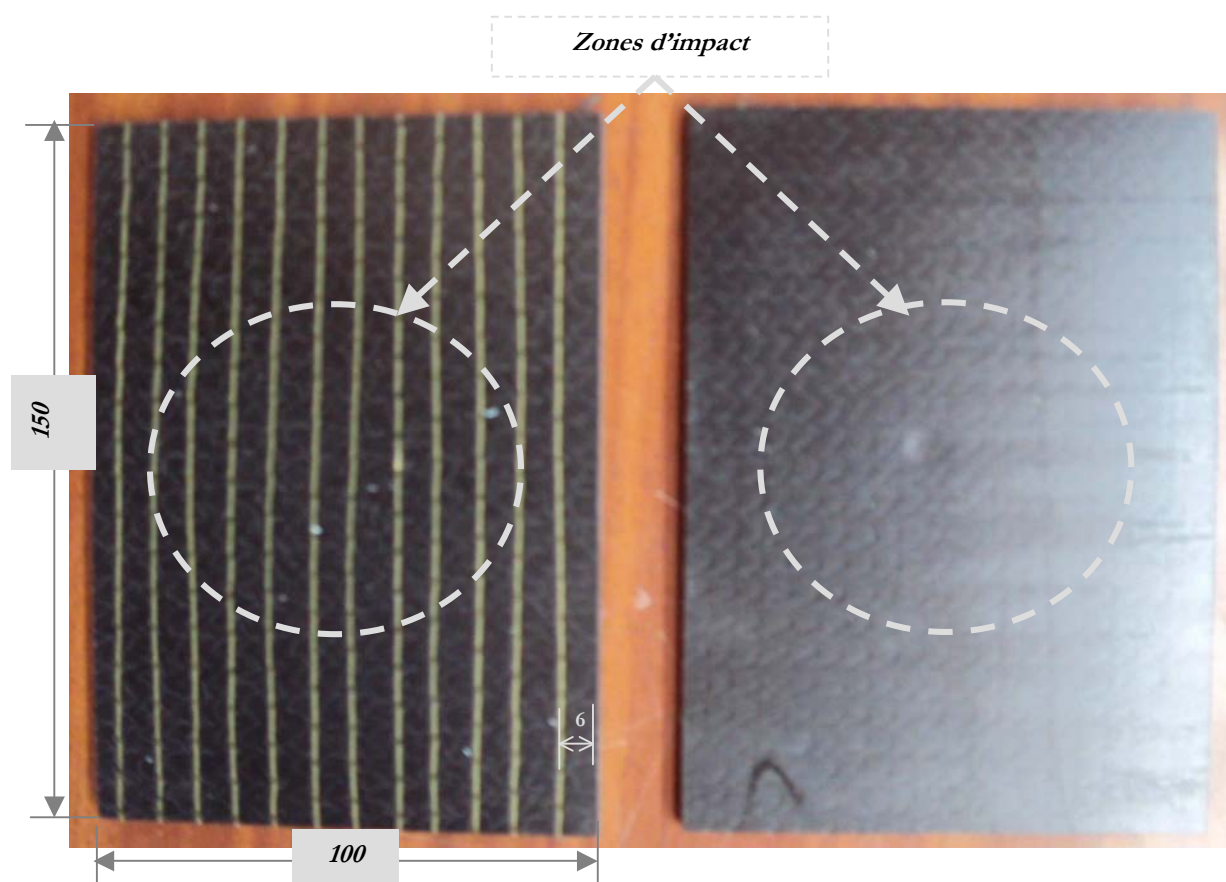


Figure 4.4 : Eprouvettes impactées cousues (à gauche) et non cousues (à droite)

IV.1.6 Bilan

Des préformes de 4 couches de carbone NCF ont permis de fabriquer des stratifiés infusés d'époxy RTM 6 pour les essais d'impact et de CAI. 18 d'entre elles ont été cousues avec du fil kevlar sous forme de couture en *point noué modifié*. 2 éprouvettes par plaque stratifiés infusés et 6 éprouvettes par condition de fabrication ont ainsi été obtenues selon le plan d'expériences de la table de Taguchi de type $L_8(2^7)$. Dix conditions de fabrication dont huit d'analyse et deux de vérification ont été suivies pour cette mise en œuvre. 5 paramètres procédés d'analyse à deux degrés de variation chacun en général ont permis de construire ce plan d'expériences et de fabriquer les stratifiés *avec couture* et *sans couture* infusés avec une température d'injection de résine à 80°C et une température de moule à 100°C . Au final, 60 éprouvettes de stratifiés infusés dont 12 pour vérification des résultats d'analyse sont testées en impact et en CAI. Les résultats de caractérisation seront analysés statistiquement pour rechercher les effets de *la couture, du nombre de tissus drainants, du niveau de vide, du côté de la plaque et de la température de cuisson* sur leurs propriétés en impact et en post-impact.

IV.2 RESULTATS D'ESSAIS DE CARACTERISATION DES PLAQUES COUSUES ET NON COUSUES

Une synthèse des résultats moyens et écarts types trouvés sur les 6 éprouvettes testées par expérience du plan en impact et en CAI est présentée dans ce paragraphe. Les valeurs extrêmes (minimales (orange) et maximales (bleu)) du plan principal relatif aux stratifiés infusés non cousus (4 expériences) et cousus (4 expériences) du plan principal sont mises en évidence dans les tableaux de synthèse des propriétés (4.2 et 4.3).

IV.2.1 Résultats d'essais d'impact

Comme justifié en introduction, les propriétés en impact des stratifiés infusés à analyser sont le déplacement maximal de l'impacteur, l'indentation permanente de la structure ou sa profondeur d'empreinte, l'énergie absorbée par la structure et sa surface endommagée après impact. Dans ce tableau, on donne en outre l'énergie élastique, ce qui permet de vérifier la validité de l'essai car la somme $E_a + E_e$ doit être égale aux 35 Joules de l'énergie d'impact (aux dispersions près).

Tableau 4.2 : Propriétés expérimentales moyennes d'impact des stratifiés infusés

Conditions de fabrication			Propriétés moyennes d'impact									
N°		Exp.	Dépl. δ_{\max} (mm)	Ecart type (δ_{\max})	Empr. α_p (mm)	Ecart type (α_p)	Energie absorbée E_a (J)	Ecart type (E_a)	Energie élastique E_e (J)	Ecart type (E_e)	Surface endom. S_e (mm²)	Ecart type (S_e)
Non cousus	1	CAI 1V	5.98	0.30	0.45	0.10	20.25	0.99	15.71	0.77	6916.00	639.56
	2	CAI 1I	5.85	0.44	0.46	0.04	19.29	0.87	15.99	1.05	6057.33	1273.70
	3	CAI 2V	6.34	0.30	0.56	0.08	20.37	1.25	15.76	1.08	6727.67	834.30
	4	CAI 2I	6.28	0.30	0.50	0.07	19.60	1.33	15.61	1.29	7686.33	578.37
Cousus	5	CAI 3V	6.36	0.67	0.42	0.09	18.75	0.67	17.20	0.64	5801.33	1308.07
	6	CAI 3I	5.92	0.21	0.38	0.07	18.33	1.41	17.00	1.22	6259.83	1536.98
	7	CAI 4V	5.95	0.03	0.50	0.03	18.77	1.34	17.72	1.02	4942.00	690.82
	8	CAI 4I	5.77	0.06	0.40	0.06	19.13	0.87	15.93	0.65	5603.83	488.94
	9	CAI 5V	5.89	0.08	0.43	0.06	19.02	1.04	17.28	0.84	4837.83	190.46
	10	CAI 5I	6.07	0.16	0.42	0.05	19.69	1.75	16.50	1.09	5199.83	922.06
Moyennes sur 8 lignes			6.06		0.45		19.29		16.36		6154.72	

En observant en première approche d'analyse les résultats bruts des essais d'impact, l'on peut remarquer que :

- ✓ La valeur la plus élevée et la plus faible du **déplacement maximal de l'impacteur** se trouve dans la partie destinée aux stratifiés infusés cousus (de la ligne 5 à 8 du plan principal)⁶. Ce qui nous laisse penser que cette propriété à l'impact de stratifiés infusés NCF/RTM 6 **n'est pas influencée par le paramètre « couture de préforme »**. En revanche, les valeurs moyennes du déplacement maximal de l'impacteur par expérience du plan principal (8 expériences) sont globalement plus élevées pour des plaques du côté vide par rapport à celle du côté injection (exemple CAI 2V et CAI 2I). **Le côté de plaque influence donc a priori le déplacement de l'impacteur**. Ce dernier résultat est aussi remarqué sur l'indentation permanente maximale (empreinte) mesurée sur l'ensemble des plaques impactées du plan. **L'empreinte maximale** est aussi en moyenne **plus élevée** pour les plaques **du côté vide par rapport à celles du côté injection**. Mais il n'est pas évident de dire au vu de ces résultats moyens bruts et des courbes efforts/déplacement de la figure 4.5 l'incidence du côté de la plaque sur les énergies (absorbée et élastique), ni sur la surface endommagée de la structure. Mais toutefois, il est à noter que la force réelle d'impact est plus élevée pour les stratifiés infusés cousus.

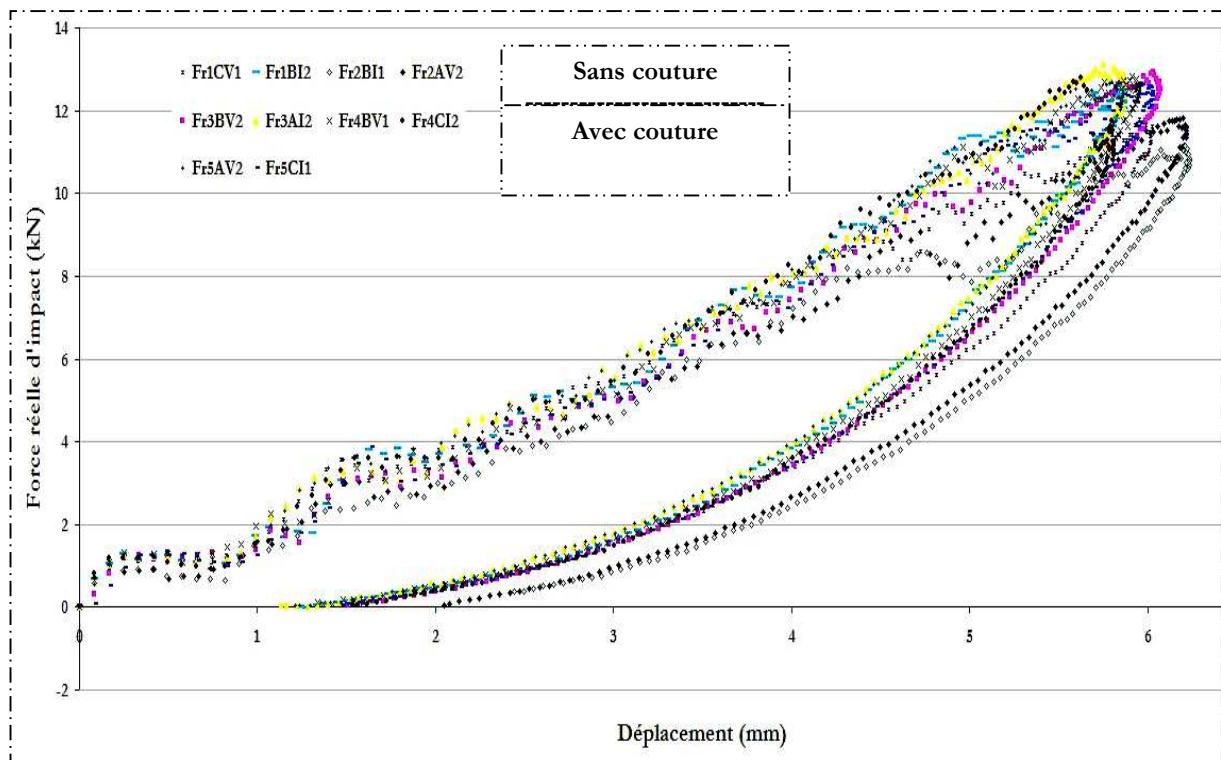


Figure 4.5 : Courbes efforts/déplacement mesurées lors de l'essai d'impact

⁶ Voir tableau 4.1 pour rappel

- ✓ L'énergie absorbée et la surface endommagée de la structure du stratifié infusé, ainsi que sa profondeur d'empreinte maximale pourraient en revanche varier selon que la préforme soit non cousue (expérience 1V à 2I) ou cousue (expérience 3V à 5I) au regard du tableau 4.2. On remarque par exemple que les valeurs extrêmes de ces propriétés sont entre les cousus et les non cousus. En effet, une énergie absorbée élevée indique des dommages importants dans la structure d'où une surface endommagée et sa profondeur d'empreinte maximale élevée. La valeur la plus faible de surface endommagée est trouvée pour un stratifié cousu (Expérience 4V) sur le plan principal. En première analyse, cette étude confirme donc le fait que **la couture améliore les propriétés à l'impact d'un stratifié** (figure 4.6).

Les analyses des résultats bruts des essais d'impact sur les stratifiés infusés permettent d'avoir une première approche sur l'influence que peuvent avoir les paramètres procédés d'analyse sur les propriétés. On peut penser que la meilleure résistance en compression après impact sera pour un stratifié infusé cousu (expériences des lignes 5, 6, 7) car des faibles empreintes et d'énergies absorbées y sont trouvées. Toutefois, il sera quand même nécessaire de s'appuyer sur l'analyse statistique pour quantifier l'effet exact de tous les paramètres d'analyse sur ces propriétés. En plus, il est difficile de lever les ambiguïtés liées à certains d'entre eux par une simple analyse des résultats bruts.

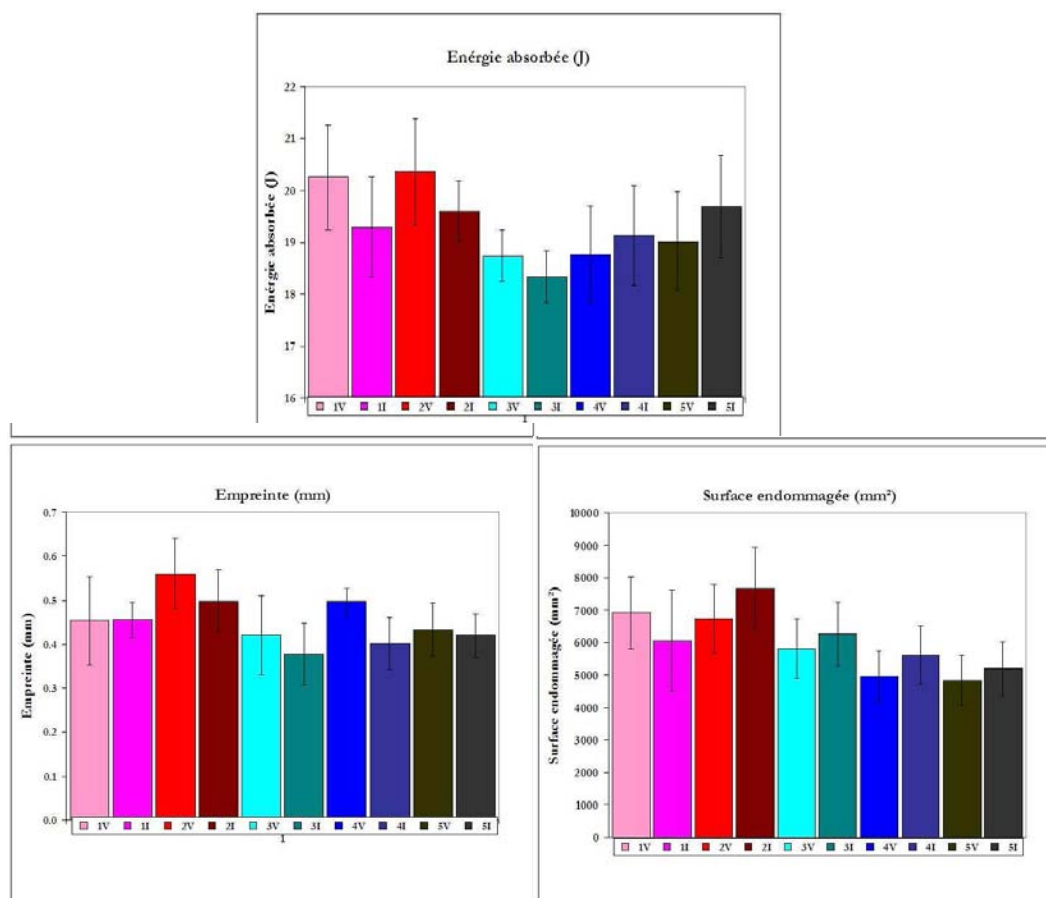


Figure 4.6 : Variation des propriétés d'impact en fonction des conditions de fabrication

IV.2.2 Résultats d'essais de Compression Après Impact

Les résultats moyens des essais de compression après impact sont présentés au tableau 4.3. les dispersions obtenues pour les 6 éprouvettes testées par expérience sont aussi données.

Tableau 4.3 : Résultats moyens de la résistance en compression après impact

Conditions de fabrication		Propriétés moyennes de CAI	
N°	Exp.	RCAI (MPa)	Ecart type (RCAI)
Non Cousus	1	CAI 1V	148.11
	2	CAI 1I	154.19
	3	CAI 2V	146.42
	4	CAI 2I	138.75
Cousus	5	CAI 3V	189.58
	6	CAI 3I	182.44
	7	CAI 4V	182.42
	8	CAI 4I	188.36
	9	CAI 5V	183.12
	10	CAI 5I	187.31
Moyennes sur 8 lignes		166.89	

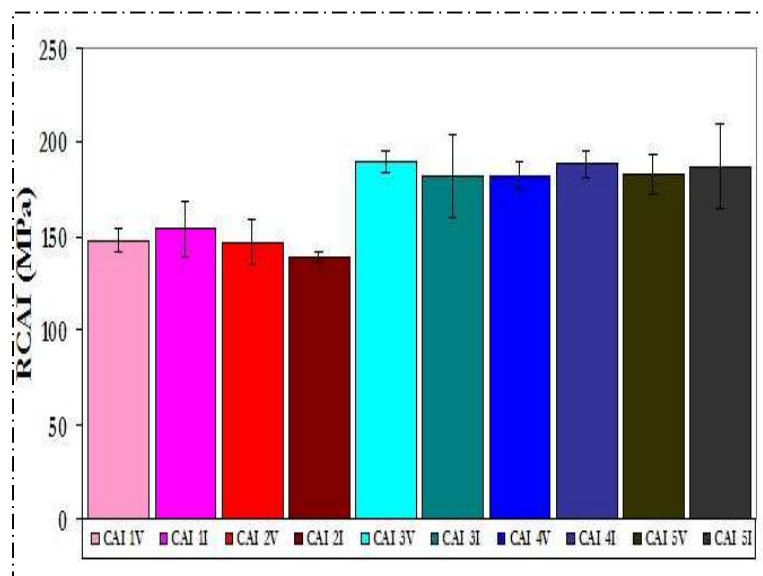


Figure 4.7 : RCAI en fonction des conditions de fabrication

La chute de résistance en compression est d'environ 62% par rapport aux stratifiés non impactés. La valeur de RCAI la plus élevée du plan est celle d'un stratifié infusé cousu et la plus faible celle d'un non cousu. Les dispersions sont dans des valeurs acceptables. De plus, de manière générale en observant les résultats de tout le plan, il est clair que la **couture (C_o) améliore d'environ 25% la résistance résiduelle en compression des stratifiés infusés impactés.**

IV.3 ANALYSES STATISTIQUES DES RESULTATS D'IMPACT ET DE COMPRESSION APRES IMPACT

Cette analyse sera faite en fonction de l'influence de chaque paramètre d'analyse présent dans le plan d'expériences des stratifiés infusés pour impact et CAI. L'expression linéaire du modèle général du plan d'étude est l'équation 4.1. Les équations 4.2 à 4.7 représentent les modèles réduits trouvés pour chaque propriété étudiée à savoir *le déplacement maximale de l'impacteur* (δ_{\max}), *l'empreinte ou l'indentation permanente* (α_p), *l'énergie absorbée* (E_a), *l'énergie élastique* (E_e), *la surface endommagée* (S_e) et *la résistance en compression après impact* (RCAI). Elles sont constituées chacune de ses paramètres d'analyses influents de manière très significatives (TS) ou significatives (S) sur le résultat. Les paramètres influents sont en valeurs codées et affectés de leur coefficient chacun dans les équations. Pour un codage à -1 pour les valeurs basses des paramètres influents, l'on obtient des réponses minimales tandis que pour un codage à 1 (valeur haute de paramètre), les valeurs des propriétés étudiées sont maximales. C'est ainsi qu'un stratifié infusé non cousu absorbe une énergie de 19.86 J et a une résistance maximale en compression après impact de 147.21 MPa par rapport à 18.74 J et 185.67 MPa respectivement pour un stratifié infusé cousu (Eq. 4.4 et 4.7). Les résultats de l'analyse sont représentés ci-après :

$$Y = C + a_{C_o} C_o + a_{T_c} T_c + a_{N_{t_d}} N_{t_d} + a_{C_p} C_p + a_{N_v} N_v \quad (4.1)$$

✓ Résultats statistiques des propriétés à l'impact des stratifiés infusés de carbone NCF et d'époxy RTM 6

$$\delta_{\max} = 6.06 + 0.16 N_{t_d} - 0.10 C_p \quad (4.2)$$

$$\alpha_p = 0.46 - 0.03 C_o - 0.03 T_c - 0.03 C_p \quad (4.3)$$

$$E_a = 19.30 - 0.56 C_o \quad (4.4)$$

$$E_e = 16.35 + 0.59 C_o \quad (4.5)$$

$$S_e = 6135.47 - 533.42 C_o + 433.63 N_{t_d} \quad (4.6)$$

✓ Résultats statistiques des propriétés en CAI des stratifiés infusés de carbone NCF et d'époxy RTM 6

$$RCAI = 166.44 + 19.23 C_o \quad (4.7)$$

Tableau 4.4 : Synthèse de l'influence sur les propriétés à l'impact et en CAI

Paramètres d'analyses	Propriétés en l'impact et après l'impact					
	δ_{\max}	α_p	E_a	E_c	S_c	RCAI
Couture (C_o): De « sans » à « avec »		TS (-)	TS (-)	TS (+)	TS (-)	TS (+)
Nombre de tissu drainant (N_{td}) : De 1 à 2	TS (+)				TS (+)	
Côté de plaque (C_p) : Du côté vide au côté injection	S (-)	S (-)				
Niveau de vide (N_v) : Du poussé au moins poussé						
Température de Cuisson (T_c) : De 160°C à 180°C		TS (-)				

Le tableau ci-dessus montre de manière attendue que l'effet de la couture est très significatif sur les propriétés mécaniques et morphologiques lié à l'impact avec aussi un apport de la méthodologie des plans d'expériences en termes de sens de variation. D'autres paramètres procédés apparaissent de manière plus inattendue et tous ces points vont être commentés dans les paragraphes suivants en utilisant les lois calculées.

IV.3.1 Influence du nombre de tissu drainant

Le *nombre de tissu drainant* employé dans la configuration du procédé pendant la fabrication des stratifiés infusés a une influence très significative d'après les résultats statistiques sur le *déplacement de l'impacteur* (δ_{\max} , Eq. 4.2) et la *surface endommagée* de la structure (S_e , Eq. 4.6). En effet, ces deux propriétés d'impact plus fortes respectivement de $0.34mm$ (+5.8%) et $8.67cm^2$ (+15.2%) pour les stratifiés infusés avec 2 tissus drainants (figure 4.8). Ce résultat stipule donc que l'utilisation de 2 tissus drainants pour fabriquer une structure de stratifié de 4 NCF favorise la propagation des dommages à l'intérieur de la structure. Dans l'étude faite aux chapitres précédents sur l'influence de ce paramètre, nous avons trouvé leurs valeurs les plus faibles de taux de fibres à la configuration du procédé constituée de 4 NCF et 2 drainants. Ce résultat se traduit par une contenance en taux de matrice plus élevée pour cette configuration de stratifiés. En plus, une baisse de la résistance maximale en compression pour les stratifiés cousus et infusés avec 2 tissus drainants avait aussi été décelée. Comme la phénoménologie d'impact implique que les fissurations matricielles se créent en premier et sont préliminaires à l'initiation des délaminages, il est toutes sommes logique de déceler un lien entre un plus grand taux volumique de matrice et une augmentation de la surface endommagée.

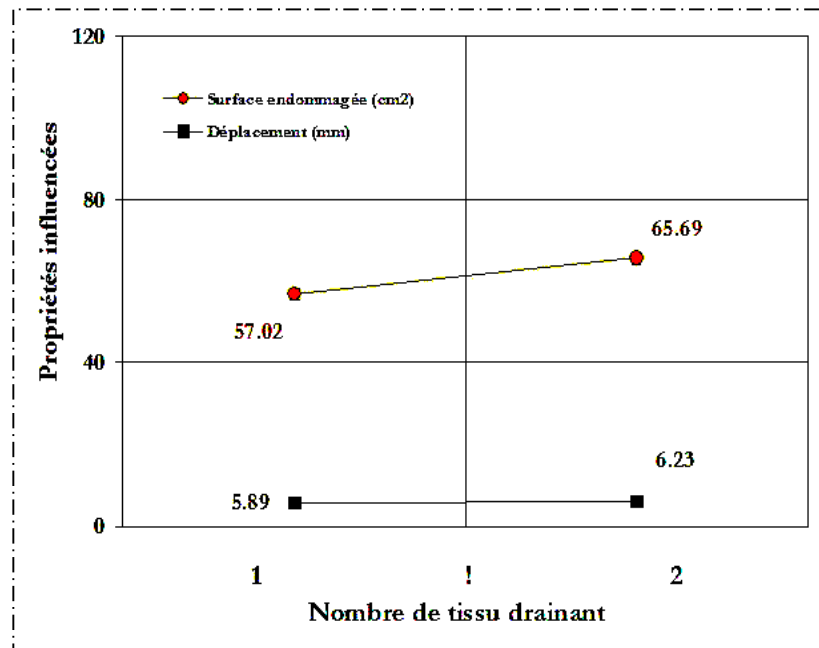


Figure 4.8 : Effet du nombre de tissu drainant sur les propriétés à l'impact d'un stratifié infusé

IV.3.2 Influence du côté de la plaque

Les stratifiés infusés du *côté injection* de résine ont généré de manière significative de faibles *déplacements de l'impacteur* et de faibles *profondeur d'empreinte* après l'impact par rapport à ceux fabriqués du *côté vide* pour des énergies d'impact identiques. La figure 4.9 présente les variations de déplacement de l'impacteur et de l'empreinte mesurée sur les plaques en fonction de leur côté de prélèvement pour l'essai.

Les plans d'expériences précédents et l'analyse phénoménologique avaient montré par des analyses microscopiques une présence significative de macros porosités du côté vide par rapport au côté injection. De plus, ces macros porosités se trouvaient en grande partie dans les poches de résine. Enfin, ces cavités de vide à l'intérieur des structures étaient plus accentuées lorsque les stratifiés comportaient 4 couches de NCF. Si l'on suit l'hypothèse formulée par [Abdallah *et al.*, 2009] que l'indentation résiduelle est liée à un phénomène de blocage de débris dans les vides laissés par les fissures matricielles, la présence de cavités initiales favorise logiquement ce phénomène et génère des indentations plus profondes. Ce phénomène semble être confirmé par ces résultats puisque c'est bien du côté vide que les empreintes résiduelles sont les plus importantes (+13%). Il est possible que le même effet soit à l'origine du déplacement global maximum de l'impacteur mais ce point est plus délicat à établir car la rigidité de flexion EI joue un rôle essentiel sur ce paramètre.

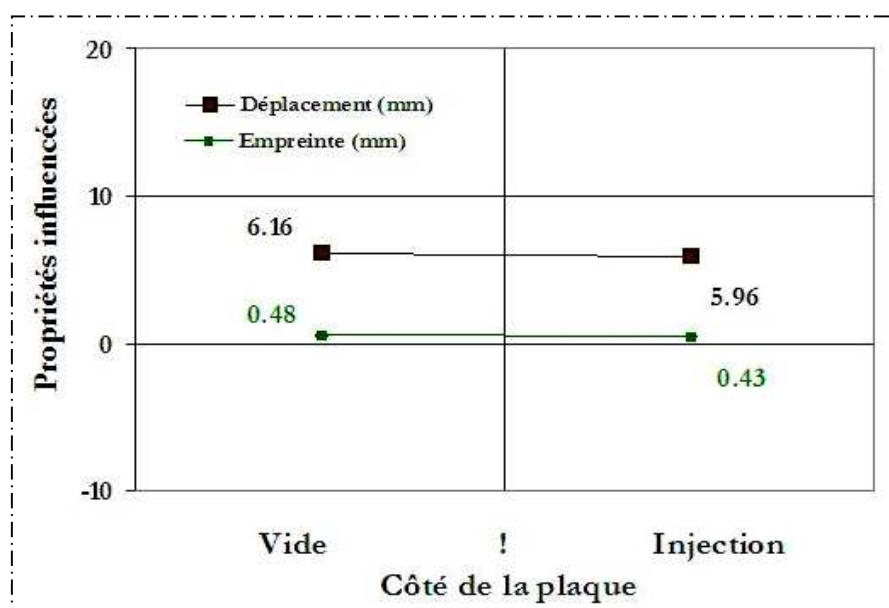


Figure 4.9 : Effet du côté de la plaque sur les propriétés à l'impact d'un stratifié infusé

IV.3.3 Influence de la température de cuisson

Les résultats statistiques montrent l'influence très significative et unique de la *température de cuisson* sur la *profondeur d'empreinte maximale* d'une structure en stratifié infusé après impact. La température de cuisson provoque une diminution de 0.05 mm (-10.4%) de l'empreinte lorsque sa valeur passe de 160°C à 180°C (figure 4.10).

Dans les plans d'expériences précédents, une augmentation de la résistance en traction avec le passage de la température de cuisson de sa valeur basse à sa valeur haute pour un stratifié infusé cousu⁷ avait été identifiée. Il a aussi été montré que la résistance en traction d'un stratifié infusé est proportionnelle à son taux volumique de fibres. En effet, la présence d'un taux de fibres élevée dans la structure en plus de la couture diminue mécaniquement la présence d'amas de résine et de porosités. On observerait donc le même mécanisme à l'œuvre que pour l'effet du coté de la plaque.

⁷ Rappel de l'influence des températures du procédé sur les propriétés des stratifiés infusés (partie III.3.3)

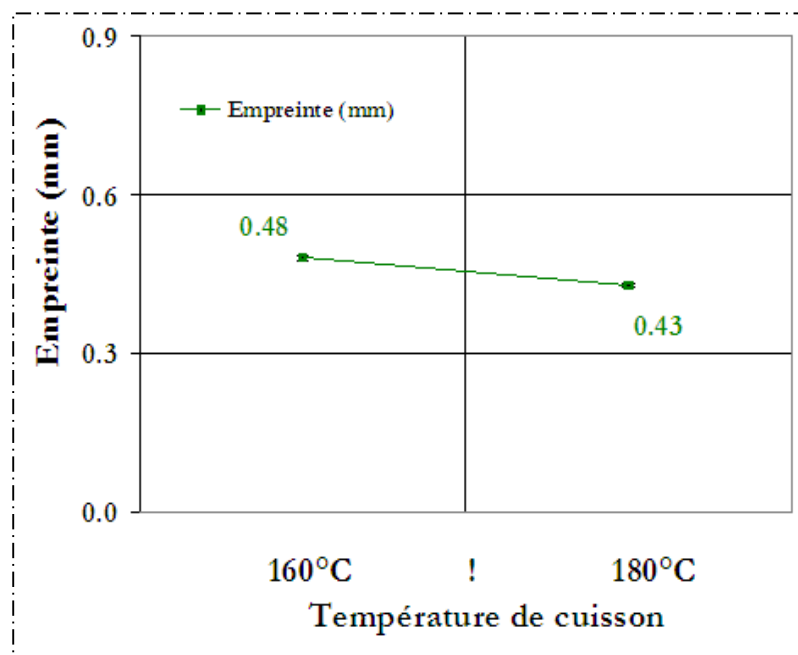


Figure 4.10 : Effet de la température de cuisson sur les propriétés à l'impact d'un stratifié infusé

IV.3.4 Influence de la couture

La *couture* est un paramètre d'analyse liée à la nature de la préforme qui a des effets très significatifs sur les propriétés à l'impact et après impact. En effet, la couture provoque une diminution de sa *profondeur d'empreinte* de 0.07mm (-14%), de l'*énergie absorbée* de 1.12 J (-5.6%), et de la *surface endommagée* d'environ 10.67cm^2 (-16%). En revanche les stratifiés infusés cousus ont une *énergie élastique* et une *résistance maximale en compression après impact supérieure* de 1.18J (+7.5%) et 38.46 MPa (+26%) respectivement par rapport aux non cousus. Ces résultats relèvent d'un effet « structure » donné par le renforcement des pièces dans l'épaisseur par couture, ce qui est tout à fait attendu. **La couture améliore donc les propriétés à l'impact et en post-impact des stratifiés infusés** (figure 4.11). Les résultats trouvés par analyse statistique sont logiques du fait qu'une structure qui absorbe moins d'énergie sera moins apte à la propagation de dommages au travers de son volume. De même, le fait que la couture contribue au renforcement de la contrainte de cisaillement dans le plan (résultats trouvés) et hors plan de la pièce (logique), la résistance en compression après impact ne peut qu'être améliorée avec ce paramètre.

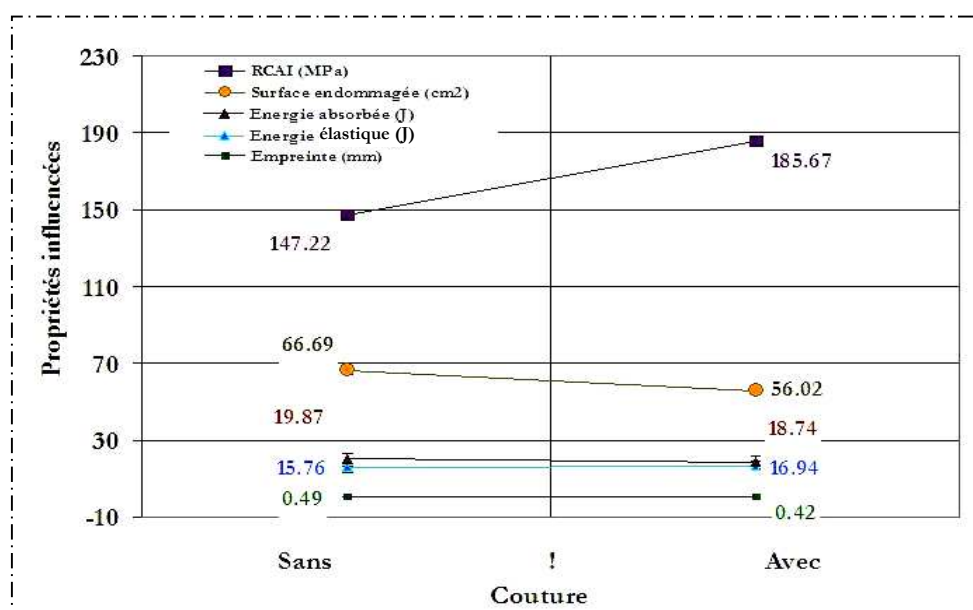


Figure 4.11 : Effet de la couture sur les propriétés à l'impact et en CAI d'un stratifié infusé

En outre, il est intéressant de relier la surface délaminée à la RCAI (figure 4.12). On constate bien une diminution de la résistance résiduelle quand la surface délaminée augmente et ce sans effet significatif direct apparent de la couture. Ce résultat est toutefois conforme à la littérature.

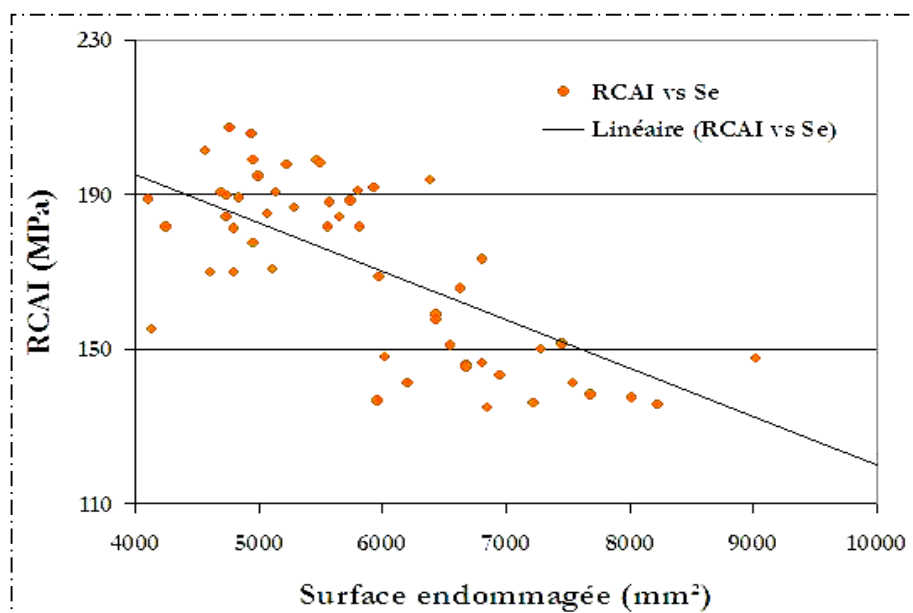
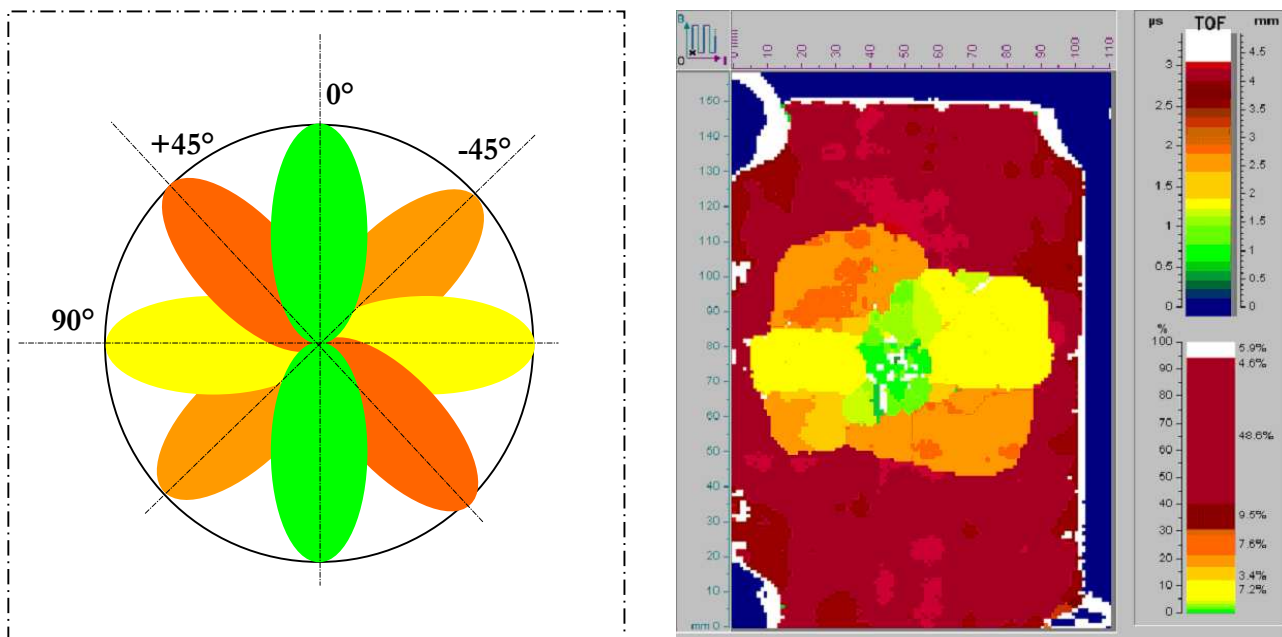


Figure 4.12 : Variation de la RCAI en fonction de la surface endommagée d'un stratifié infusé impacté

IV.4 ANALYSES MICROSCOPIQUES DES PLAQUES IMPACTÉES

IV.4.1 Observations par des ultrasons C-scan

Ces observations ont été faites sur les faces impactées dans un premier temps pour voir la géométrie et l'étendue des délaminages et ainsi estimer la surface endommagée après impact. Cette surface a été calculée à l'aide d'un logiciel de traitement d'image. Ce qu'il est important de noter ici est que les stratifiés infusés de carbone NCF génèrent des étendues de dommages importantes et une géométrie générale pas tout à fait habituelles par rapport à la forme en « double-hélice » généralement rencontrée (figure 4.12). L'axe de chaque délaminage est donné par la direction de la fibre du pli situé en dessous de l'interface et est représenté par le code de couleur correspondant.



*Figure 4.12 : Exemple de forme de délaminage dans un stratifié de $[-45/0/90/+45]_s$:
Schéma de délaminage dans les plis (à gauche) et photo C-scan d'un stratifié infusé endommagé (à droite)*

Le dommage créé après impact se propage dans l'épaisseur par augmentation de l'étendue du côté impacté (recto) vers le côté libre (verso). L'ensemble des endommagements développés dans le stratifié a donc une enveloppe de forme conique dont la grande base est située du côté « verso » de la plaque impactée. Dans la majorité des cas, les dommages créés par impact sur les stratifiés infusés sont étendus jusqu'au bord de la pièce des plaques impactées. Ce phénomène est encore plus accentué pour des plaques avec des préformes non cousues par rapport à celles à préformes cousues (figure 4.13). on

remarque quand même une perte de symétrie de la cartographie des délaminages quand ceux-ci « touchent » le bord de la plaque.

Dans les observations de la microstructure des stratifiés fabriqués avec 4 NCF non cousus, d'importantes poches de résine avaient été observées dans leur plan médian. La présence des fils de couture renforce cette interface en créant une résistance au cisaillement hors plan, ce qui limite l'étendue de la surface délaminée. L'on peut observer à la figure 4.13 par exemple que la propagation du dommage se fait en grande partie dans l'interface des plis de la 3^{ème} couche à partir de la face impactée du stratifié à $90^\circ/+45^\circ$.

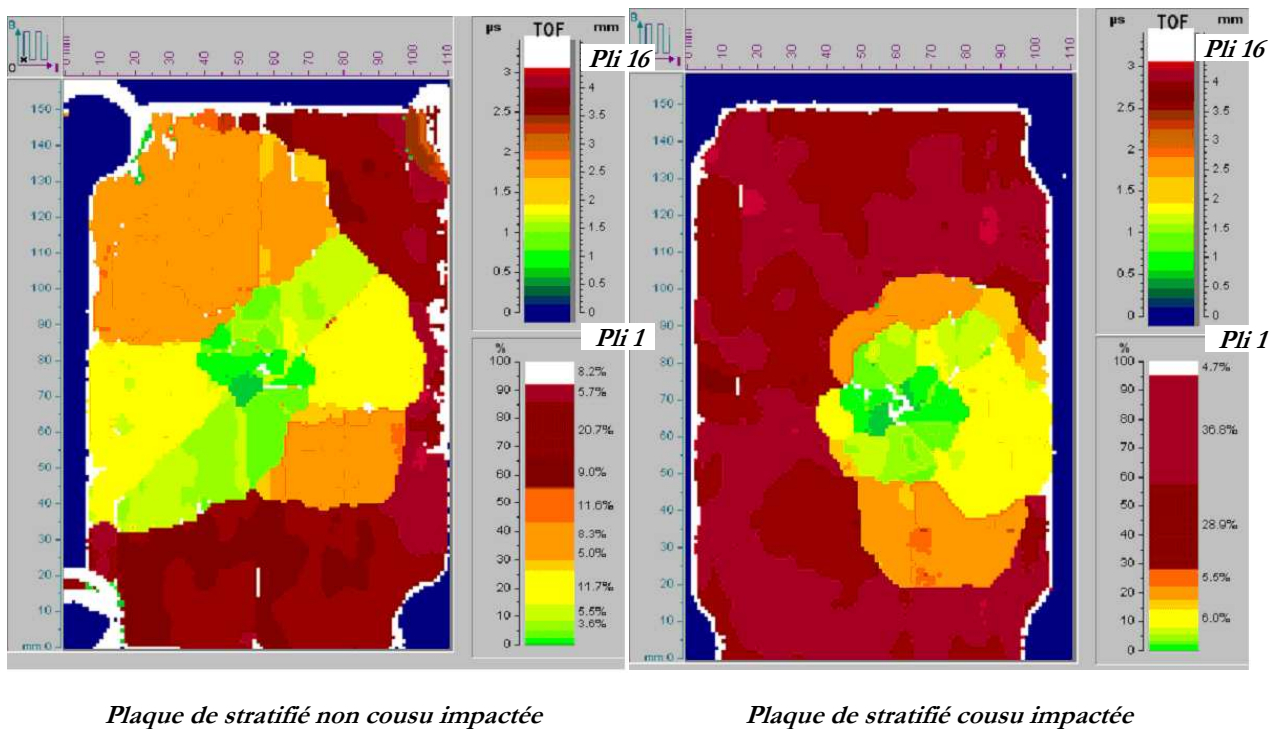
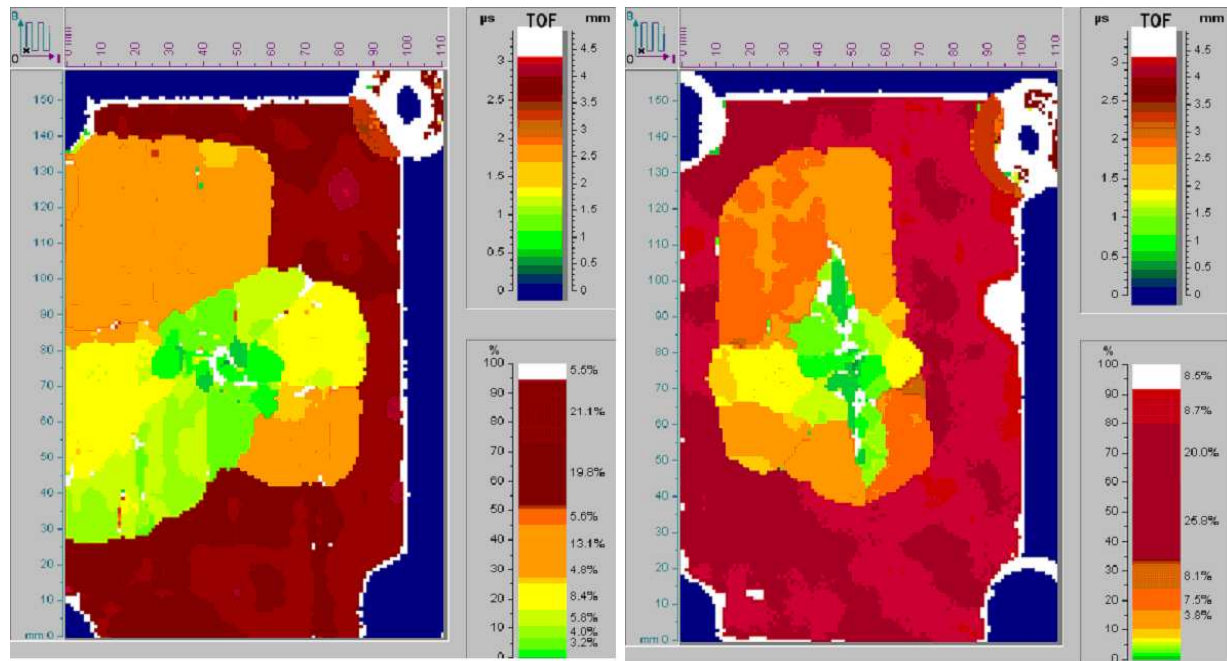


Figure 4.13 : Image C-scan de propagation de dommages dans un stratifié infusé carbone NCF époxy RTM6

Lorsqu'on fait la comparaison entre les plaques non cousues fabriquées avec 1 tissu drainant et celles fabriquées avec 2 drainants, on observe une plus forte étendue du dommage dans celles fabriquées avec 2 tissus drainants (figure 4.14). En ce qui concerne les plaques cousues pour la même comparaison, il n'y a pas de particularité entre ces deux configurations. Ce qui montre le rôle bloquant de la couture dans ce cas. Le délaminage est cette fois ci en grande partie dans l'interface des plis à $-45^\circ/0^\circ$ de la 2^{ème} couche côté face impactée.



Plaque de stratifié infusé avec 2 tissus drainants *Plaque de stratifié infusé avec 1 tissu drainant*
Figure 4.14 : Image C-scan de comparaison entre les plaques de stratifiés infusés avec 1 et 2 tissus drainants

Les observations par des ultrasons C-scan permettent de mettre en images les résultats analytiques fournis par la méthode des plans d'expérience. D'une manière générale, les stratifiés infusés NCF/RTM 6 ont une forte étendue de dommage, dans la plus part des cas jusqu'en bord de pièce. Un impact à 35 J sur des stratifiés infusés non cousus crée des endommagements dans toutes les interfaces de NCF. Ce phénomène est a priori favorisé par la présence des zones riches en résine à l'interface des couches de NCF. La couture permet de diminuer l'étendue des surfaces délaminées mais change aussi la géométrie des délaminages puisque ceux-ci sont limités à la deuxième interface du NCF. De manière concomitante, ces nouvelles cartographies de délaminage engendrent une augmentation de sa résistance en compression, effet qui est certainement aussi lié au taux de restitution d'énergie en propagation plus important avec les points de couture.

IV.4.2 Observations des champs par microscope binoculaire

Du fait de la cartographie particulière des endommagements de ces essais qui atteignent les bords des éprouvettes, il a été possible d'observer les délaminages en bord et éventuellement d'autres modes tels que les fissurations matricielles. Ces observations sont réalisées à l'aide d'un microscope binoculaire sur toute la longueur des bords de pièces qui présentaient ce type de dommages. Des cartographies sont effectuées par incrément de 5 mm de longueur.

La longueur totale du dommage (L_d) en bord de pièce dans l'épaisseur des stratifiés a aussi été mesurée et analysée en fonction des paramètres procédés du plan d'expérience. Cette longueur représente aussi une caractéristique de propagation des dommages à l'intérieur du stratifié. L'analyse de ses valeurs de mesure a montré l'influence *très significative de la couture* (C_o) et *significative du côté de la plaque* (C_p) sur ses variations (Eq. 4.8). Ces résultats statistiques reflètent précisément les observations faites et les résultats précédents trouvés. Plus la longueur de propagation de dommage est faible grâce au faible taux de porosités (côté injection) et au renforcement par couture, moins est importante la valeur de la surface endommagée et la tenue en RCAI est supérieure (figure 4.15).

$$L_d = 87 - 16.33C_o - 10.96C_p \quad (4.8)$$

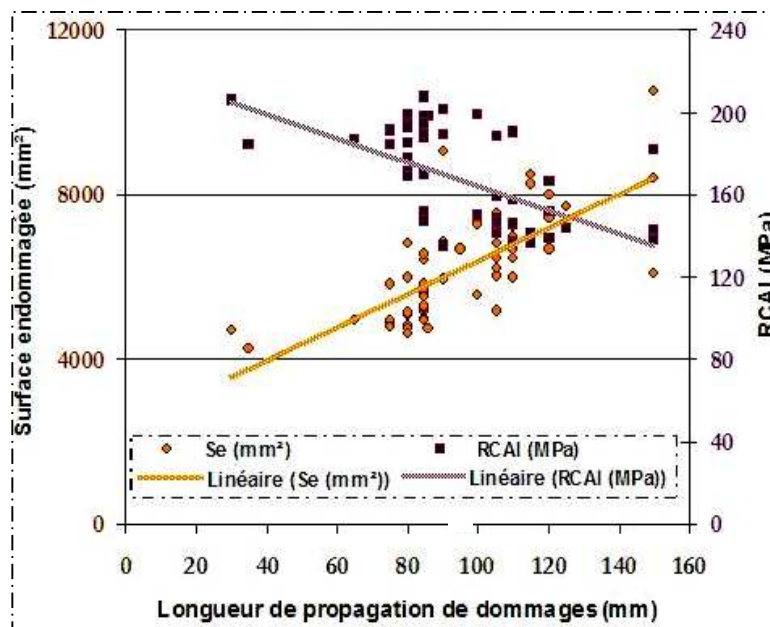


Figure 4.15 : Variation de la RCAI et de la surface endommagée en fonction de la longueur de propagation de dommages en bord de stratifié infusé de préforme en carbone NCF

Les cartographies des épaisseurs des bords des pièces impactées présentées dans la suite ont toutes été prises dans la projection du lieu d'impact (à 75 ± 5 mm du bord de la pièce). Elles présentent dans cette zone des dommages dues à l'impact par des fissurations matricielles et des délaminages entre les plis (figure 4.16 et 4.17). Ces photos tendent à confirmer que même dans le champ, l'endommagement du stratifié infusé se fait par la fissure de la matrice puis se propage par délaminage entre les plis. Pour les stratifiés infusés non cousus (figure 4.16), le délaminage est brutal (les espaces entre les plis plus prononcés) et les dommages peuvent aller jusqu'au dernier pli de la 3^{ème} couche du NCF à partir de la face impactée. En ce qui concerne les stratifiés cousus, le délaminage est moins brutal et la propagation du dommage atteint au plus l'interface $+45/0^\circ$ de la 3^{ème} couche du NCF

(figure 4.17). Ceci confirme les différences observées entre les profondeurs d'empreinte, les surfaces endommagées et les résistances en compression après impact trouvées entre les stratifiés infusés cousus et non cousus.

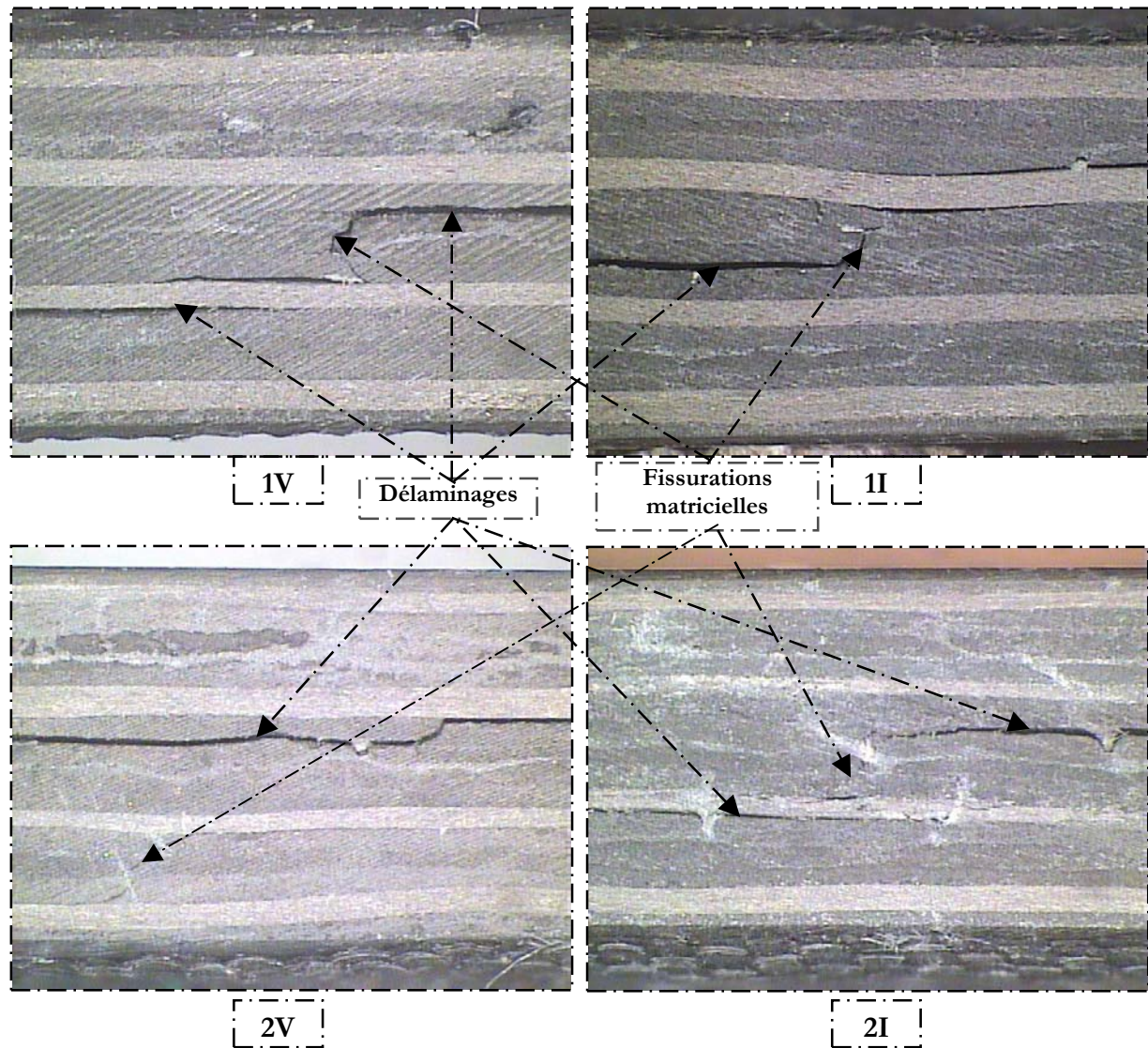


Figure 4.16 : Photos binoculaires des épaisseurs en bords de plaques non cousues impactées

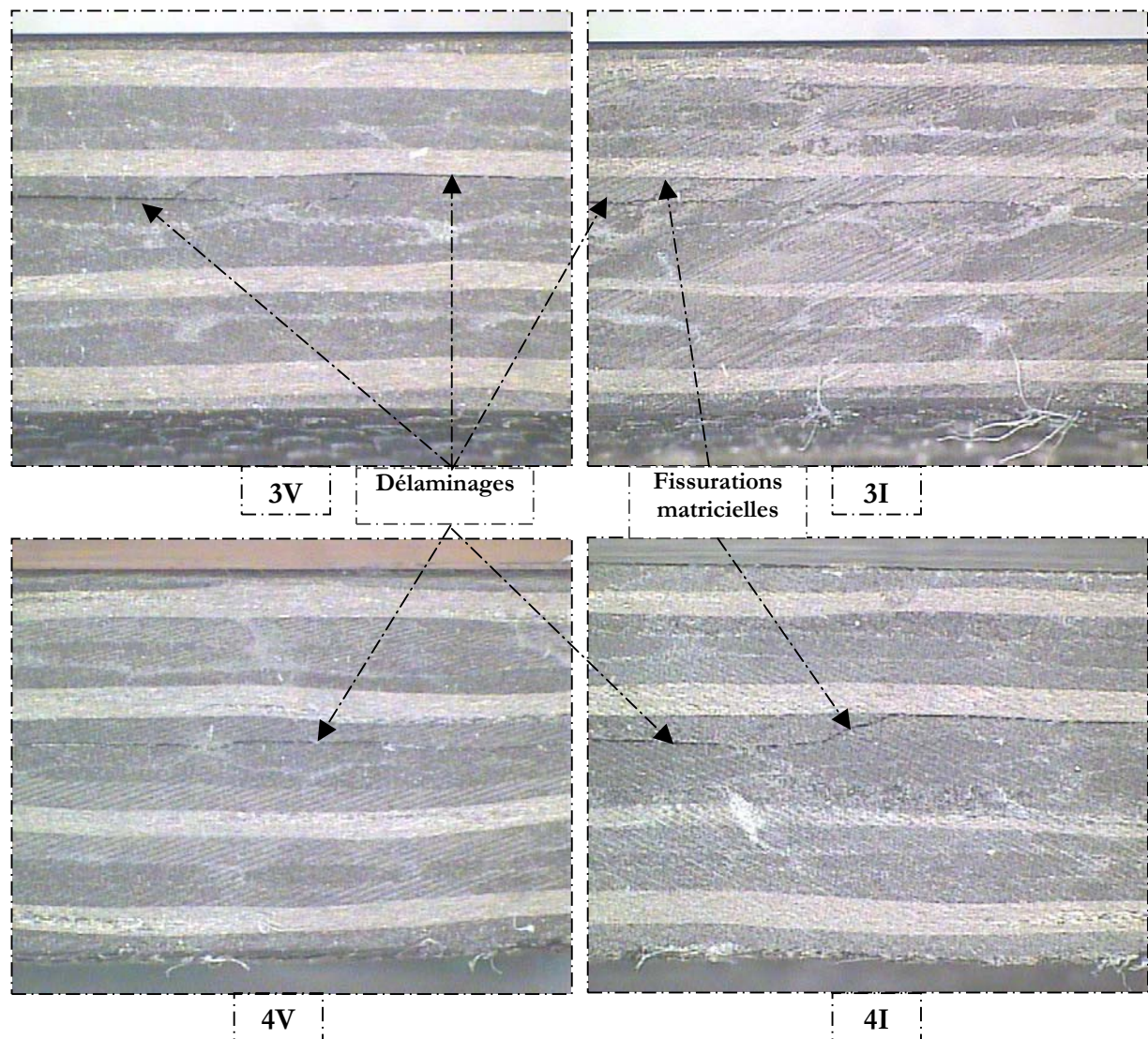


Figure 4.17 : Photos binoculaires des épaisseurs en bords de plaques cousues impactées

Les analyses statistiques et microscopiques des stratifiés infusés de préforme en fibres de carbone NCF et d'époxy RTM 6 montrent clairement le bénéfice du renforcement transversal par couture sur leurs propriétés à l'impact et en compression après impact. En revanche, des larges propagations de dommages après impact dans ses stratifiés ont été observées. Celles-ci provoquent la baisse systématique de la RCAI par rapport à la compression pure. Néanmoins les stratifiés infusés cousus présentent des propriétés en CAI acceptables du point de vue dimensionnement de structure.

IV.5 CONCLUSION DE L'ETUDE SUR L'IMPACT ET LA CAI DES STRATIFIES INFUSES

Une étude dans le but d'établir des liens entre les paramètres procédés de fabrication de stratifiés en tissus de fibres de carbone NCF et de résine époxy RTM 6 et leur propriétés en impact et en compression après impact (CAI) a été faite. Ces comportements font partie des critères de dimensionnement des structures aéronautiques. Avec le développement général des procédés hors-autoclave en aéronautique, la question se pose de connaître l'influence éventuelle de ces nouveaux procédés sur le comportement en impact. Aussi, dans cette recherche, les paramètres liés au procédé de fabrication par infusion de résine tels que la *couture de la préforme*, le *nombre de couches de tissu drainant*, le *côté de la plaque* lors de l'infusion, le *niveau de vide* et la *température de cuisson* ont été pris en considération. Leur influence ou non sur le *déplacement de l'impacteur*, la *profondeur maximale d'empreinte*, l'*énergie absorbée par la structure*, la *surface totale endommagée* et la *résistance en compression après impact (RCAI)* a été étudiée.

Un plan d'expériences de la table de Taguchi de type $L_8(2^7)$ a été mené à bien. Les stratifiés infusés ont été impactés à l'aide d'un système de poids tombant à basse énergie (35 J) permettant d'avoir une profondeur d'empreinte autour de 0.3 mm (supérieure au $BVID \approx 0.2 \text{ mm}$) et une basse vitesse de l'ordre 4 m/s. Les essais de CAI ont été faits selon la norme Airbus AITM 1-0010 sur des éprouvettes impactées et rectifiées sur leur largeur. Les propriétés en impact et en CAI des stratifiés infusés ont par la suite été analysées statistiquement et des analyses microscopiques des plaques endommagées ont permis de comprendre les phénomènes et modes de propagation des dommages.

En accord avec la littérature, la couture est le paramètre principal ayant un effet sur chacun des paramètres liés à l'impact ces comportements à l'exception du déplacement de l'impacteur. La couture réduit globalement l'absorption d'énergie du stratifié. Ce phénomène se traduit par la limitation de la propagation des dommages à l'intérieur du matériau et la diminution de la surface endommagée. Ceci concourt à l'augmentation de la résistance en CAI des stratifiés infusés. Il est montré aussi que la RCAI diminue en moyenne quelque soit le stratifié impacté lorsque sa surface endommagée augmente, et ce sans effet direct apparent de la couture. Des analyses microscopiques par des observations et des contrôles non destructifs (ultrasons C-scan et microscope binoculaire) sur les stratifiés impactés ont été faites afin d'étayer ces remarques. Des propagations importantes de dommages sont observées dans ces stratifiés infusés créant ainsi une perte de symétrie de la cartographie des délaminages car ils touchent dans la plus part des cas le bord de la pièce impactée. Plusieurs modes d'endommagement ont ainsi été

observés. Des endommagements par fissuration matricielle et des endommagements par délaminage entre les plis sont observés dans les champs.

Il est admis que la fissuration matricielle est le premier type de dommage à être crée puis les endommagements se poursuivent par délaminage entre les plis. D'après l'expérience du laboratoire, l'indentation résiduelle serait du à un phénomène de blocage de débris dans ces fissurations matricielles. Or le plan d'expérience a relevé une sensibilité de la profondeur d'indentation aux paramètres procédés *coté plaque* et *température de cuisson*. Ce point peut s'expliquer dans ce cas par la création de macroporosités qui favoriseraient la création et la coalescence de fissures et par voie de conséquence maximiseraient le phénomène de blocage de débris.

IV.6 REFERENCE

Abdallah, Bouvet, Rivallant *et al.*, "*Experimental Analysis of Damage Creation and Permanent Indentation on Highly Oriented Plates.*" Composites Science and Technology 69, 2009.

CONCLUSIONS GENERALES

ET PERSPECTIVES

Ce travail de recherche s'est intéressé à une approche conceptuelle qui est un axe actuel de développement des structures selon lequel l'intégration des spécificités du composite et des éléments de fabrication se fait dès la phase la conception du produit. Cette approche a pour but de prédire les caractéristiques finales des pièces. Elle est fortement liée au procédé de fabrication et aux éléments constituant le matériau composite. Le composite étudié dans cette recherche est un stratifié en tissus quadriaxiaux de fibres de carbone NCF renforcés ou non par couture dans son épaisseur et fabriqué par infusion de résine liquide (LRI : Liquid Resin Infusion), avec de l'époxy RTM 6. La méthode de fabrication des stratifiés par LRI a été choisie pour son intérêt croissant porté par les industries aéronautiques car c'est un procédé hors-autoclave. Les tissus de NCF ont été préférés pour les gains significatifs en termes de productivité qu'ils apportent. On s'est aussi intéressé aux effets des renforcements hors-plan qui ont pour vocation à se généraliser. L'objectif de cette thèse a été la recherche des effets que peuvent causer les paramètres liés au procédé sur les propriétés à rupture de base, puis, sur le comportement à l'impact et en compression après impact (CAI) des stratifiés infusés, pour des besoins de hautes performances et destinés au secteur de l'aéronautique. Les propriétés morphologiques des stratifiés infusés tels que le taux volumique de fibres et de porosités, la température de transition vitreuse et l'épaisseur de la structure ont aussi fait partie de cette étude.

Dans un premier temps, une revue de la littérature sur les différents procédés de mise en œuvre des composites à matrice organique a été réalisée afin d'identifier les différents points qui les différencient. Grâce à une analyse des problématiques scientifiques relatives au LRI, des paramètres procédés de fabrication susceptibles d'avoir potentiellement des influences sur les propriétés étudiées des pièces ont été identifiés. Ils sont au nombre de neuf. Ils ont été classés en trois groupes principaux dont le premier est la nature de la préforme. Elle fait intervenir la

présence ou non de couture et le nombre de plis. La configuration du procédé est le second groupe qui englobe les éléments nécessaires pour la fabrication du stratifié tels que le nombre de tissus de distribution de résine pendant le processus d'infusion (tissu drainant), le niveau de vide atteint dans l'enceinte d'infusion et le côté où est située la préforme au cours du processus de fabrication. Les températures du procédés tels que la température du moule, la température d'injection et de cuisson de résine sont identifiés comme troisième groupe de paramètres potentiellement influents sur les propriétés des stratifiés infusés. Une interaction entre le nombre de couches de NCF et de tissu drainant a été aussi intégrée comme paramètre. Après cette identification des paramètres, une revue des différents types de renforcements transversaux des stratifiés a été présentée et le choix a porté sur celui de la couture pour sa facilité d'exécution et ses avantages certain sur la tenue mécanique des pièces. De plus, il semblerait que cette technologie soit plus prometteuse que le cloutage. La recherche des influences des paramètres sur les propriétés des stratifiés infusés est faite tout au long de cette étude par une analyse statistique selon la méthode de régression multilinéaire à l'aide des plans d'expériences. Différents types de plans ont donc été mis en revue afin de choisir celui qui permet de réduire le nombre d'essais à réaliser et de faire une combinaison précise de tous les paramètres à faire varier. La méthode de Taguchi à travers la construction de ses tables en fonction du nombre de paramètres procédés a retenu notre attention et a été choisie pour l'analyse statistique des résultats de caractérisation.

Les propriétés morphologiques ci-dessus cités et les propriétés mécaniques de base à savoir la résistance à rupture en traction, en compression, et en cisaillement interlaminaire (RCIL) des stratifiés infusés avec des préformes non cousues ou cousues ont été analysés dans le deuxième et le troisième chapitre de cette thèse. Le deuxième chapitre a concerné uniquement l'analyse des stratifiés non cousus et le troisième celui des stratifiés cousus sur la demi-partie supérieure du premier plan d'expériences complété dans sa partie inférieure par les non cousus. Dans chaque étude, l'analyse a porté sur les résultats de toutes les expériences du plan de la table de Taguchi L_{16} comportant chacun 18 lignes de conditions de fabrication. Les paramètres procédés ont fait l'objet de deux niveaux de variation pour la construction de ces plans.

L'analyse statistique a montré des influences très significatives du nombre de couches de carbone NCF sur l'épaisseur de la pièce fabriquée qui double naturellement à quelques effets de compaction près lors du passage de 2 NCF à 4 NCF. La RCIL des stratifiés infusés croît avec ce paramètre tandis que la température de transition vitreuse décroît. Ce dernier résultat montre une difficulté de réticulation des stratifiés lorsqu'ils ont des grandes épaisseurs. Par contre l'augmentation de la RCIL avec l'épaisseur pourrait être un effet d'éprouvette car l'on s'attendrait

à un effet inverse du point de vue mécanique. Cette interprétation, pour être complètement justifiée, nécessiterait une modélisation ad hoc mais cette problématique est en dehors du sujet de cette recherche. La couture a un effet « structure » dans les stratifiés infusés. Elle contribue à l'augmentation de la résistance en compression et de la RCIL du matériau mais n'est pas favorable pour le taux volumique de fibres à cause des amas de résine observés autour des fils de couture. L'augmentation de la résistance en compression en cousu va à l'encontre des résultats de la littérature mais semble du à une capacité réduite des quadri-axiaux NCF à la tenue en compression à cause d'importantes épaisseur de résines aux interfaces. Le paramètre côté de la plaque influence autant sur la résistance en traction des cousus et des non cousus que sur la résistance en compression des stratifiés infusés non cousus en faisant croître leurs valeurs du côté aspiration du vide vers le côté injection de résine. Des observations microscopiques ont montré la présence de macros porosités dans les plaques du côté vide qui contribuent à la réduction des résistances à rupture, et des micros porosités du côté injection qui n'ont par contre pas d'effet significatif sur les résistances des stratifiés. Ces observations donnent une meilleure compréhension des résultats statistiques trouvés. Le nombre de tissus drainants utilisé lors de la fabrication joue sur le taux de fibres du stratifié, et ceci encore plus lorsque l'interaction NCF et drainant est pris en compte. L'utilisation de 2 tissus drainants provoque l'augmentation de l'épaisseur des stratifiés infusés de manière générale. Ceci engendre mécaniquement la diminution du taux volumique de fibres et de la résistance en compression notamment des stratifiés cousus. Les taux de fibres les plus faibles et de porosités les plus élevés ont été trouvés aux stratifiés fabriqués à l'aide de 4 NCF et 2 tissus drainants. Ce résultat est vraisemblablement lié à un problème de compaction de la préforme avant l'infusion. Pour cela, un niveau de vide poussé (inférieur ou égale à 1.3 mbar) lors de cette phase est très important et permet de générer des effets bénéfiques sur la RCIL et les propriétés morphologiques des stratifiés. Une bonne santé matière du matériau est ainsi obtenue en plus d'une stabilité dimensionnelle. Cette qualité de la santé matière du matériau s'associe à des meilleures propriétés mécaniques. Les stratifiés infusés peuvent donc avoir des taux de fibres de plus 62% et des taux de porosités inférieur à 1%. Ces valeurs contribuent à la certification de ce procédé comme capable de fabriquer des composites destinés au secteur de l'aéronautique. Il est notamment important d'avoir une attention particulière sur le choix des températures à utiliser. Malgré l'effet positif des valeurs élevées de températures du procédé sur la température de transition vitreuse, globalement, ce niveau de variation de ces paramètres sont néfastes pour assurer la bonne qualité du stratifié infusé.

Ces analyses statistiques et microscopiques des stratifiés infusés cousus et non cousus ont conduit à une proposition de choix des paramètres procédés qui maximiseraient leurs

performances mécaniques tout en assurant une meilleure qualité matière. Ainsi, il serait judicieux de fabriquer les stratifiés infusés cousus ou non avec :

- ✓ *Un niveau de vide poussé et le plus uniforme possible dans toute l'enceinte d'infusion ;*
- ✓ *Des valeurs des températures de moule et d'injection de résine se rapprochant le plus possible ;*
- ✓ *Une température de cuisson la moins élevée possible selon la résine utilisée ;*
- ✓ *Une structure à infuser située à mi- distance entre le point d'entrée et de sortie de résine.*

La seconde partie de l'étude de ce travail de recherche a porté sur la recherche des liens entre la couture de la préforme, le nombre de tissus drainants, le côté de la plaque, le niveau de vide et la température de cuisson de la résine sur les paramètres d'impact et la résistance en compression après impact. Cette étude a été faite sur le même type de stratifiés que précédemment et les résultats d'essais ont été analysés de la même manière. Ces comportements faisant partie des critères de dimensionnement des structures aéronautiques, le but est de connaître l'influence éventuelle des nouveaux procédés hors-autoclave sur le déplacement de l'impacteur, la profondeur maximale d'empreinte, l'énergie absorbée par la structure, la surface totale endommagée et la résistance en compression après impact (RCAI) de ces pièces. Un plan d'expériences Taguchi de type $L_8(2^7)$ a été construit pour fabriquer ces stratifiés infusés. Ils ont été impactés à l'aide d'un système de poids tombant à basse énergie (35 J) et à basse vitesse (4 m/s) pour permettre d'avoir une profondeur d'empreinte résiduelle autour de 0.3 mm. Après impact, les éprouvettes ont été rectifiées sur leur largeur pour compenser une déformation globale résiduelle éventuelle puis caractérisées en CAI selon la norme *Airbus AITM 1-0010*.

La couture a été trouvée comme le paramètre principal ayant un effet sur chacune des propriétés liés à l'impact à l'exception du déplacement de l'impacteur sur lequel elle n'a aucun effet significatif. L'absorption d'énergie du stratifié, la propagation des dommages à l'intérieur du matériau et la surface endommagée sont réduits globalement par la couture. La résistance en CAI des stratifiés infusés se trouve donc augmenter avec la couture. Cette RCAI diminue en moyenne quelque soit le stratifié impacté lorsque sa surface endommagée augmente et ce sans effet direct apparent de la couture.

Des observations et des contrôles non destructifs par un ultrasons C-scan et un microscope binoculaire ont permis d'analyser la microstructure des stratifiés impactés. Elles ont conduit à plus de compréhension sur les résultats statistiques. Il est à noter que des propagations importantes de dommages sont observées dans ces stratifiés infusés. Dans la plus part des cas,

ces dommages vont jusqu'au bord de la pièce impactée créant ainsi une perte de symétrie de la cartographie des délaminages. Toutefois, deux modes d'endommagement ont été observés dans les champs : le premier type de dommage qui est par fissuration matricielle et le délaminage entre les plis qui est une suite du premier lors de l'impact. Le côté de la plaque a été trouvé comme paramètres influent sur l'indentation résiduelle d'un stratifié infusé. Elle diminue du côté vide au côté injection. Ce résultat pourrait s'expliquer par un phénomène de blocage de débris maximum dans les porosités que contiennent les plaques du côté vide, ce qui fait augmenter l'indentation au point d'impact.

Ce travail de recherche a permis d'identifier certaines problématiques, mais un travail important reste à faire, en particulier :

- ✓ Le développement de la maîtrise du débit d'aspiration de la pompe à vide pour piloter le débit de résine et/ou la qualité du composite fabriqué semble un point sur lequel des recherches supplémentaires seraient appropriées.
- ✓ Il serait judicieux de clarifier le lien macro-porosités/indentation résiduelle par une étude spécifique dédiée à ce sujet incluant des analyses morphologiques pré et post-impact.
- ✓ La validation de ce procédé dans le domaine aéronautique nécessite encore beaucoup d'études de ce type incluant les effets environnementaux (vieillessement humide, températures extérieures de service) voire les effets des courants de fuite, sur d'autres propriétés telles que la fatigue par exemple.
- ✓ Le comportement multi-échelle des structures composites est bien connu et il serait intéressant de mener des études sur des pièces test de plus grandes dimensions et de géométrie plus complexe.

ANNEXES

Note	175
A. 1 Matériaux et constituants.....	176
A. 2 Caractérisations mécaniques.....	178
A. 3 Caractérisations morphologiques	191
A. 4 Méthodes et moyens de contrôle	195
A. 5 Références bibliographiques pour les Annexes.....	198

NOTE

Ces annexes présentent, dans le cadre de l'étude du comportement des stratifiés fabriqués par infusion de résine liquide, les matériaux et constituants de ces stratifiés, les moyens mis en œuvre et les normes pour la réalisation des différents essais, ainsi que les méthodes de contrôle et d'analyse expérimentale des pièces fabriquées. Le choix des matériaux et constituants du stratifié est décrit en annexe 1.

Les caractéristiques mécaniques des stratifiés infusés mesurées sont la résistance maximale à rupture en traction, en compression pure, en compression après impact et en cisaillement interlaminaire. La procédure de réalisation de chacun de ces essais est décrite dans l'annexe 2. Les essais d'impact préalables nécessaires pour endommager une pièce et ensuite déterminer la résistance résiduelle en compression des échantillons endommagés y sont aussi décrits.

L'annexe 3 présente la méthode employée pour déterminer la température de transition vitreuse d'un stratifié infusé par essai mécanique dynamique. Le mode de mesure des taux volumiques de fibres et de porosités par dissolution et décantation y est aussi détaillé.

Dans l'annexe 4, les moyens de mesure des dimensions des éprouvettes en particulier celui de l'épaisseur par métrologie sont décrits. Les moyens de contrôle des coupes de stratifié dans l'épaisseur et des surfaces des pièces par microscopie et/ou par des scanners ultrasonores y sont présentés. Ces contrôles sont fait d'une part pour analyser la microstructure et déterminer la surface de propagation des dommages d'une éprouvette de stratifié saine ou impactée, mais aussi pour pouvoir faire une comparaison à terme de la santé matière des stratifiés infusés selon différentes conditions de fabrication, et permettre ainsi leur analyse phénoménologique.

Toutes ces caractérisations ont été faites au sein de *l'Institut Clément Ader (ICA)* de l'Université de Toulouse, entre le laboratoire Matériaux de *l'Ecole des Mines d'Albi (EMAC)* et le Département Mécanique des Structures et Matériaux de *l'Institut Supérieur de l'Aéronautique et de l'Espace (ISAE)* à Toulouse.

A. 1 MATERIAUX ET CONSTITUANTS

Le matériau composite étudié dans le cadre de cette thèse est fabriqué par infusion de résine liquide (*LRI : Liquid Resin Infusion*). C'est un stratifié constitué d'une résine organique thermodurcissable et d'une préforme résultant de la superposition de plusieurs couches de renfort comprenant des plis superposés. Les lignes suivantes présentent avec plus de détails ces différents matériaux et leurs constituants.

A.1.1 Renfort

La préforme est composée d'un empilement de quatre plis unidirectionnels de fibres de carbone assemblées (Figure A.1.1) appelées communément « *Non - Crimp - Fabric ou N.C.F* ». Les fibres de carbone sont à module intermédiaire de désignation commerciale *Tenax IMS 60 E13 24K 830 tex* [Tenax, 2008]. Ces renforts comportent un liant en poudre dont les caractéristiques sont décrites au tableau A.1.1 Ils sont quadriaxiaux et ont une densité surfacique totale de $1088\text{g}/\text{m}^2$. Les stratifiés réalisés sont quasi-isotropes lors de leur drapage en symétrie miroir $[-45/0/+45/90]_s$ ou $[-45/0/+45/90/-45/0/+45/90]_s$. Les tissus de carbone *NCF*, issus du commerce et fournis par SAERTEX, ont pour objectif une optimisation des résistances ultimes [SAERTEX, 2005].

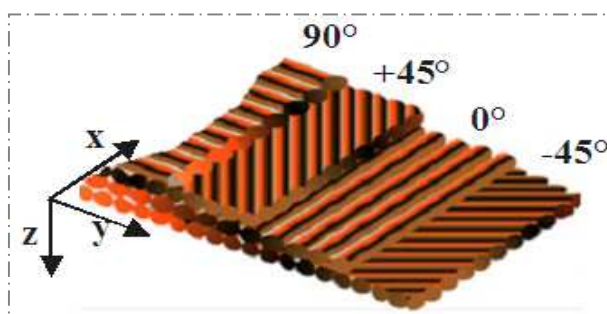


Figure A.1.1 : Principe d'assemblage des tissus de carbone NCF quadri axiaux

**Tableau A.1.1 : Caractéristiques des renforts structuraux de carbone NCF
quadri axiaux PB et PE [SAERTEX, 2005]**

Structure PB	Structure PE	Masse surfacique (g/m ²)	Tolérance (± %)	Matériau	Densité linéique (Tex)
Liant en poudre	Liant en poudre	8	-3 / +7g/m ²	Bakelite EPR 05311	
Pli à -45°	Pli à +45°	262	5	Tenax IMS 5131	12K
Pli à 0°	Pli à 0°	267	5	Tenax IMS 5131	24K
Pli à +45°	Pli à -45°	262	5	Tenax IMS 5131	12K
Pli à 90°	Pli à 90°	275	5	Tenax IMS 5131	24K
Liant en poudre	Liant en poudre	8	-3 / +7g/m ²	Bakelite EPR 05311	
Fil d'assemblage		6	5	PES 48 dTex SC	
Masse surfacique totale			1088 g/m ²		

A.1.2 Résine

La résine organique thermodurcissable utilisée est de l'époxy mono composant de type *RTM 6* classe 180°C. Elle est commercialisée sous la marque **HEXFLOW®** [HEXFLOW]. C'est une résine pré-mixée de température de service comprise entre -60°C et 180°C. A température ambiante, elle forme un liquide visqueux marron translucide (figure A.1.2) mais sa viscosité diminue rapidement lorsque sa température augmente. La résine RTM 6 a l'avantage d'être prête à l'utilisation une fois dégazée. Elle a une température de transition vitreuse élevée et offre aux composites des propriétés mécaniques correctes. Elle est d'utilisation facile dans les procédés à faible pression d'injection. Son cycle de cuisson est simple et court. Elle est acceptable pour certaines pièces dans des applications aéronautique et spatiale.



Figure A.1.2 : Photo de la résine époxy RTM 6 à température ambiante

Le contrôle des matériaux et constituants (renfort et résine) n'a pas été fait. Ils ont été conditionnés et utilisés selon les prescriptions des fournisseurs pour la fabrication des stratifiés infusés.

A. 2 CARACTERISATIONS MECANQUES

Les stratifiés sont fabriqués par plaques infusées selon plusieurs conditions de fabrication et découpés par nos soins en éprouvettes échantillons. Les découpes sont faites en tenant compte des normes principales et des techniques spécifiques utilisables dans l'industrie pour la réalisation de chaque essai de caractérisation.

Les caractéristiques mécaniques recherchées des stratifiés carbone NCF infusés d'époxy RTM 6 sont les comportements mécaniques instantanés à savoir la résistance maximale à rupture en traction, en compression, en cisaillement interlaminaire et en compression après impact (CAI). Ces caractérisations mécaniques sont réalisées selon la méthode des essais sur éprouvettes planes et barreaux avec des normes spécifiques aux plastiques renforcés de fibres [Krawczak]. Les stratifiés infusés sollicités lors de ces essais sont avec ou sans couture selon la configuration choisie pour la fabrication des stratifiés dans le plan d'expérience approprié¹.

A.2.1 Essai de traction

L'essai pour déterminer la résistance à rupture en traction du stratifié est fait sur trois échantillons d'éprouvettes pour chaque expérience ou condition de fabrication, selon la norme *NF EN ISO 527-4*. Les éprouvettes sont de dimensions moyennes $150 \times 20 \times 2$ (ou 4) mm^3 sur lesquelles sont collées des talons (figure A.2.1 et A.2.2). Les essais sont réalisés à vitesse de $1mm/min$ sur une machine *INSTRON 8501* avec un capteur de $100 kN$ à l'ISAE sur le site de SUPAERO à toulouse.

La résistance à rupture en traction σ_t (MPa) est calculée à l'aide de la formule de l'équation A.2.1.

$$\sigma_t = \frac{F_t}{S} = \frac{F_t}{h \times b} \quad (A.2.1)$$

- ✓ F_t (kN) : Effort maximal à rupture obtenu lors de l'essai
- ✓ h (mm) : Epaisseur mesurée de l'éprouvette
- ✓ b (mm) : Largeur mesurée de l'éprouvette

¹ Voir chapitre I pour rappel et chapitre II pour méthode de fabrication.

Les éprouvettes sont serrées sur machine à l'aide des mors hydrauliques de type mordaches plates de 6 - 12 mm (figure 2.4). Elles sont montées avec une distance entre mors L de 50 ± 1 mm et une longueur de référence L_0 de 40 mm qui permet de valider l'essai après rupture.

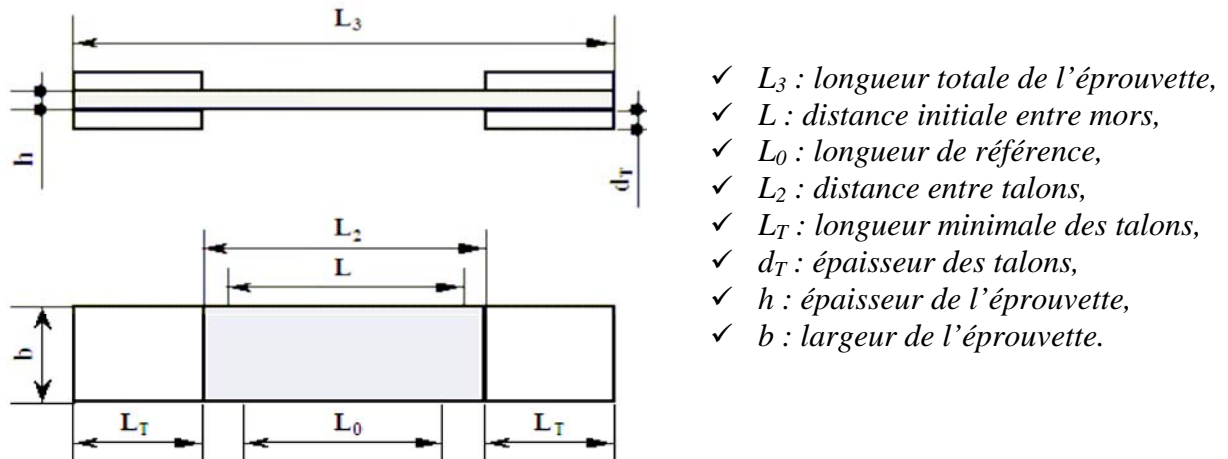


Figure A.2.1 : Dimensionnement des éprouvettes de traction

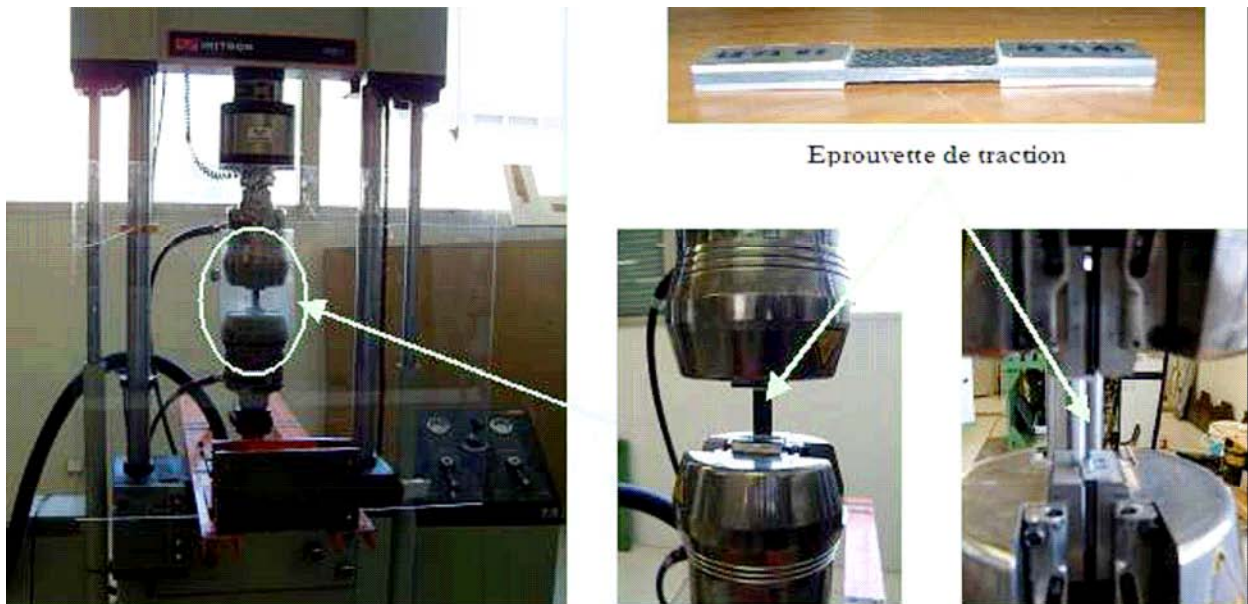


Figure A.2.2 : Montage pour essai de traction sur machine INSTRON 8501

A.2.2 Essais de compression

Le dimensionnement et le montage des éprouvettes (figure A.2.1 et A.2.3) pour l'essai de compression sont pratiquement le même que celui de l'essai de traction. Trois éprouvettes de dimensions moyennes $110 \times 25 \times 2$ (ou 4) mm sont caractérisées en compression selon la norme *Pr EN 285 Celanese* pour chaque expérience de fabrication de stratifié. Elles sont montées sur la même machine (*INSTRON 8501*) ainsi que les mêmes mors utilisés pour l'essai de traction (mordaches plate de $6 - 12$ mm), avec une distance entre mors L de 8 ± 0.5 mm et une longueur de référence L_0 de 6 mm pour permettre la validation de l'essai après rupture.

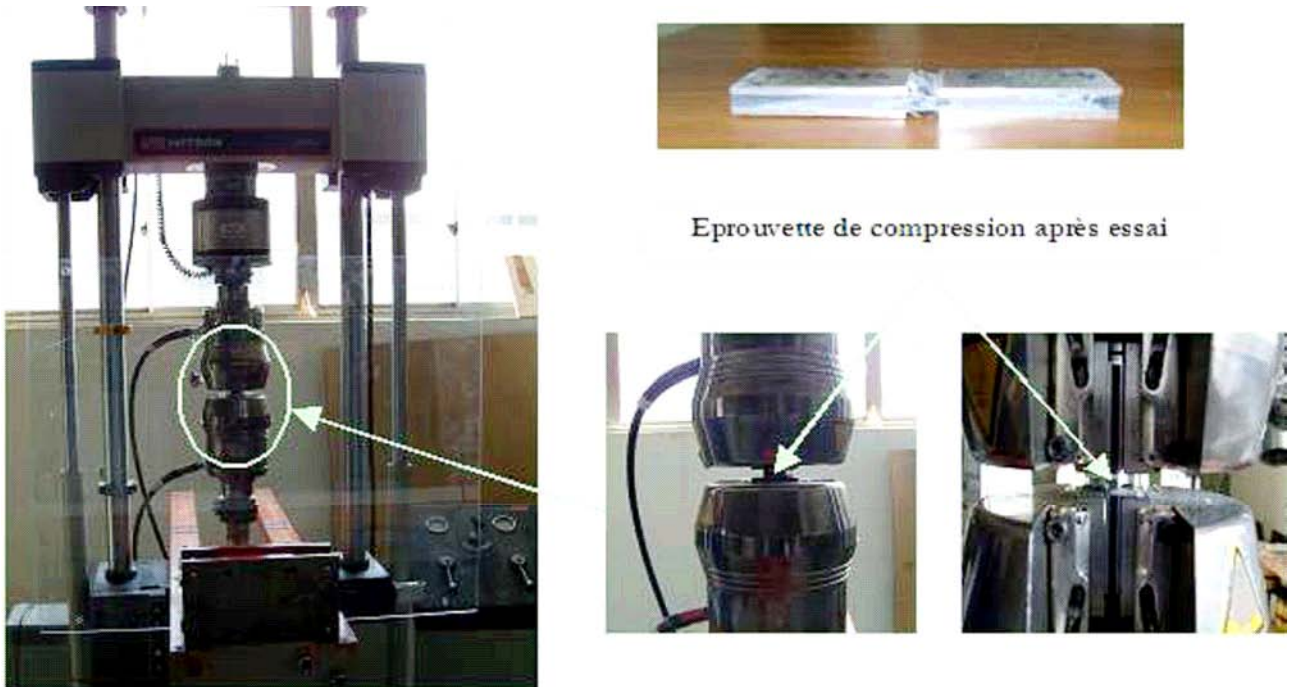


Figure A.2.3 : Montage pour essai de compression sur machine INSTRON 8501

Cette caractérisation est faite pour obtenir la résistance maximale à rupture en compression σ_c du stratifié infusé (Eq. 2.2).

$$\sigma_c = \frac{F_c}{S} = \frac{F_c}{h \times b} \quad (\text{A.2.2})$$

- ✓ F_c (kN) : Effort maximal à rupture obtenu lors de l'essai
- ✓ h (mm) : Epaisseur mesurée de l'éprouvette
- ✓ b (mm) : Largeur mesurée de l'éprouvette

A.2.3 Essais de cisaillement interlaminaire

La caractérisation de la résistance maximale à rupture au cisaillement interlaminaire des stratifiés infusés est faite en suivant la norme *NF EN ISO 14130*. Cet essai est réalisé pour caractériser le comportement d'un matériau dans le plan perpendiculaire à la stratification des couches des stratifiés. C'est un essai de cisaillement sur poutre courte « *SBS : Short Beam Shear* » ou essai de résistance au cisaillement interlaminaire « *ILSS : Interlaminar Shear Strength* ». Il permet de d'estimer la contrainte en cisaillement transverse. Pour ce faire, un effort est appliqué dans ce plan sous forme de flexion trois points entre des appuis rapprochés (figure A.2.4).

Le montage et la caractérisation des éprouvettes sont faits sur la machine *INSTRON 5800R* de l'ICA à l'EMAC à Albi. Les essais sont réalisés à l'aide d'un capteur de force de 30 kN et des mors à serrage mécanique. La vitesse de sollicitation est de 1 mm/min . La distance entre appuis inférieurs est préconisée par cette norme à cinq fois l'épaisseur ($5\text{ }h$). Les dimensions des éprouvettes sont pour la longueur de dix fois l'épaisseur ($10\text{ }h$) et pour la largeur de cinq fois ($5\text{ }h$).

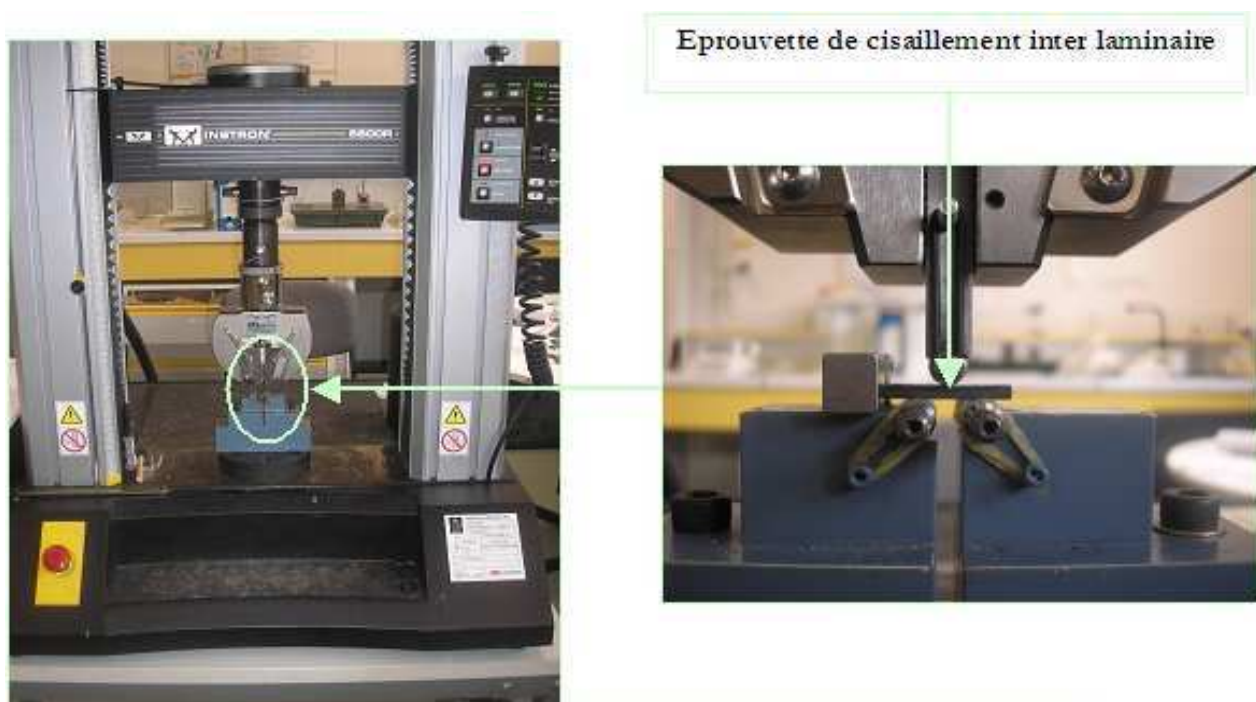


Figure A.2.4 : Montage pour essai de cisaillement interlaminaire sur machine INSTRON 5800R

Six éprouvettes par expérience de fabrication de stratifiés sont caractérisées en cisaillement interlaminaire avec pour dimensions moyennes $20 \times 10 \times 2 \text{ mm}^3$ ou $40 \times 20 \times 4 \text{ mm}^3$ et la distance entre appuis 10 mm ou 20 mm en fonction des épaisseurs respectives. La résistance maximale à rupture au cisaillement interlaminaire τ_{\max} est obtenue par calcul à l'aide de l'équation 2.3.

$$\tau_{\max} = \frac{3}{4} \times \frac{F_{\tau}}{S} = \frac{3}{4} \times \frac{F_{\tau}}{h \times b} \quad (\text{A.2.3})$$

- ✓ F_{τ} : Effort maximale à rupture obtenu lors de l'essai
- ✓ $h \text{ (mm)}$: Epaisseur mesurée de l'éprouvette
- ✓ $b \text{ (mm)}$: Largeur mesurée de l'éprouvette

A.2.4 Essais d'impact

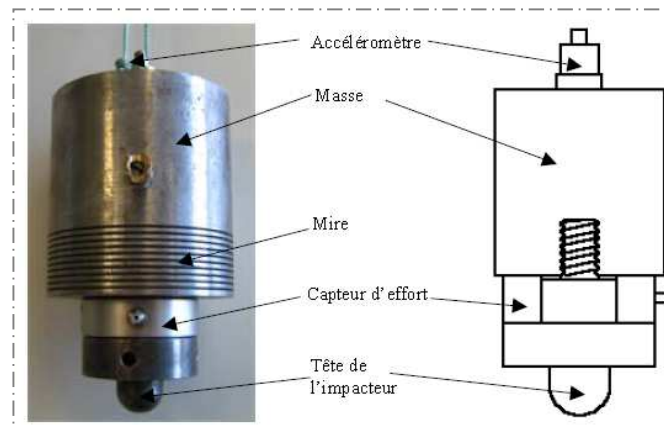
L'essai d'impact permet de créer des endommagements dans les structures censé représenter les endommagement se produisant réellement sur les structures composites en service. Il existe plusieurs procédures en fonction des énergies et des vitesses d'impact (basses, moyennes et grandes) [Petit, 2005]. Celle utilisée pour impacter les stratifiés infusés utilise un dispositif de poids tombant. Les essais d'impact sont réalisés sur le dispositif d'impact à basse vitesse de l'ISAE site de SUPAERO sur six plaques stratifiés par expérience de fabrication en suivant la norme Airbus AITM 1-0010.

Le principe de l'essai d'impact par poids tombant consiste à lâcher une masse instrumentée à une certaine hauteur sur une plaque composite. La masse est guidée dans un tube et la plaque à impacter est maintenue par une fenêtre de bridage (figure A.2.5 et A.2.6).

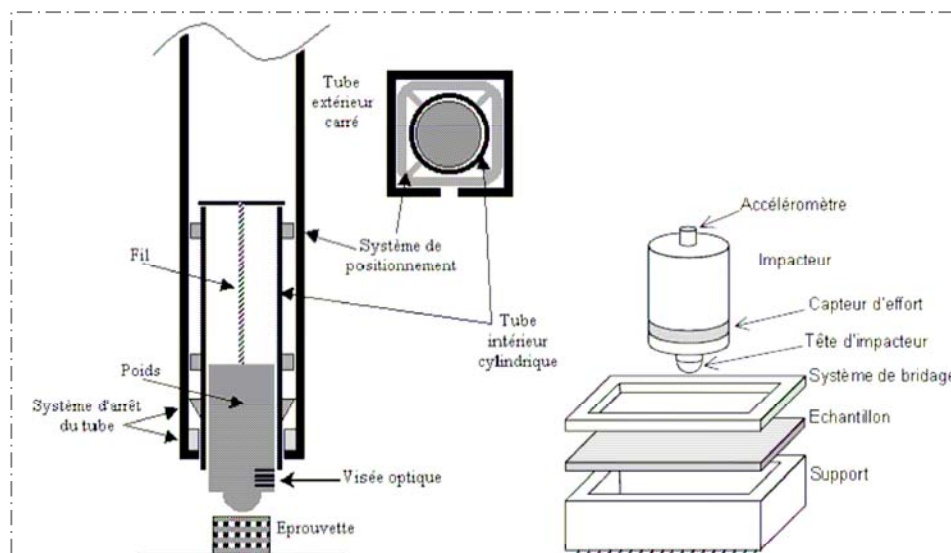
Le dispositif utilisé pour l'essai d'impact des stratifiés infusés est composé comme suit :

- ✓ Un impacteur hémisphérique de diamètre 20 mm ;
- ✓ Une masse de $4,2 \text{ kg}$ environ lâchée à une hauteur de 85 cm et permettant d'atteindre une énergie d'impact de l'ordre de 35 J avec des vitesses autour de 4 m/s . Cette énergie est choisie pour créer une empreinte supérieure ou égale au BVID (*Barely Visible Impact Damage*) dont l'ordre de grandeur est 0.3 mm .
- ✓ Un capteur d'effort positionné entre la masse et la tête d'impacteur interchangeable (de masse 211 g). C'est une rondelle piézoélectrique de marque KISTLER de capacité 120 kN . Ce capteur mesure la force entre l'impacteur et l'éprouvette à l'impact.

- ✓ Un capteur optique qui mesure la vitesse de l'impacteur juste avant l'impact ;
- ✓ Une fenêtre ou support d'appui parallélépipédique creux, de dimensions intérieures $125 \times 75 \text{ mm}^2$, sur laquelle est positionnée l'éprouvette à impacter dont les dimensions standards selon la norme sont de $150 \times 100 \text{ mm}^2$.
- ✓ Une fenêtre ou système de bridage de dimensions intérieures identiques à celles du support qui sert de maintien de l'éprouvette pendant l'impact.
- ✓ Un système anti-rebond manuel permettant de stopper l'impact à un bond de l'impacteur ce qui empêche ainsi les chocs multiples sur l'éprouvette ;
- ✓ Un système d'acquisition.



(a)



(b)

Figure A.2.5 : (a) Impacteur instrumenté et (b) schéma de principe du poids tombant [Petit, 2005]

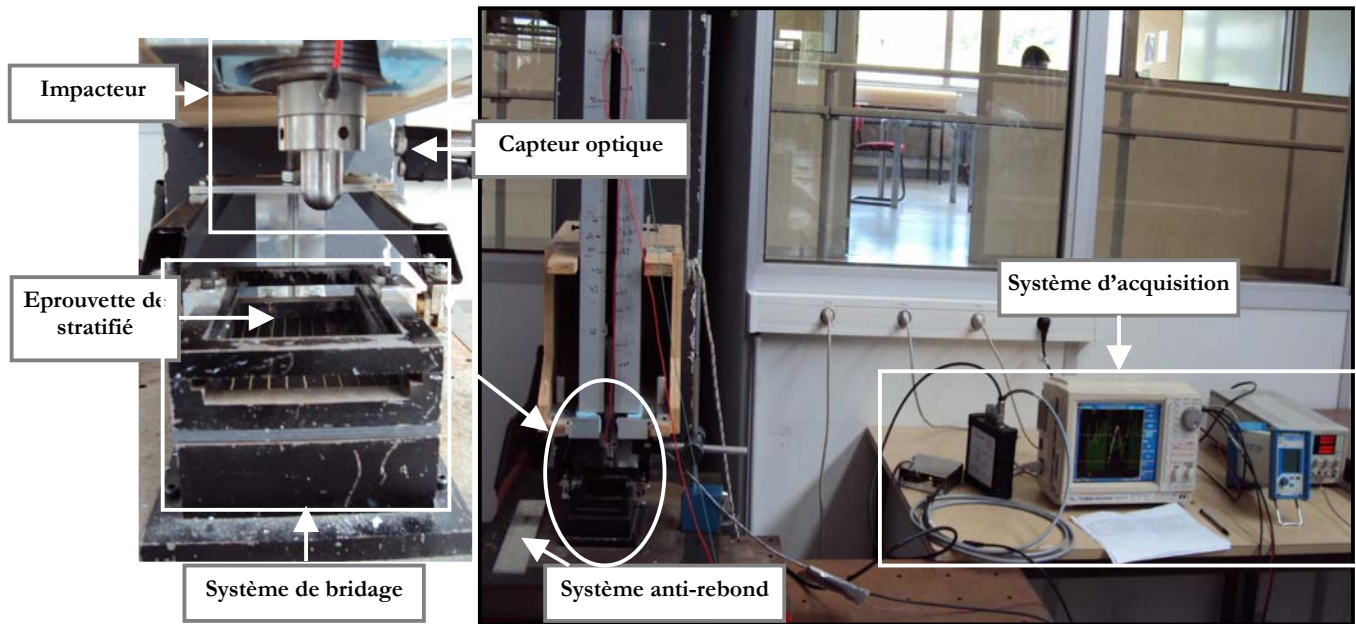


Figure A.2.6 : Dispositif de poids tombant pour essai d'impact sur stratifié infusé

L'essai d'impact permet dans ce cas d'étude de déterminer :

- ✓ La force d'impact réelle ($F_{réelle}$) produite pendant l'impact

En effet, le capteur étant situé entre la masse et la tête d'impacteur, la force d'impact réelle n'est pas celle mesurée par le capteur d'effort mais elle est modulée par la masse de la tête d'impacteur selon la formule de l'équation A.2.4.

$$F_{réelle} = \frac{m_{impacteur}}{m_{impacteur} - m_{tête_impacteur}} F_{mesurée} \quad (A.2.4)$$

- ✓ La vitesse d'impact

Elle est mesurée à l'aide du capteur optique par laser (voir figure 2.11) juste avant l'impact. L'impacteur comporte un ensemble de rainures en stries noires appelées mire (figure 2.10). Cette mire forme une succession de surfaces réfléchissantes et absorbantes. Ainsi, au moment de l'essai et pendant la chute de l'impacteur, le laser détecte ces variations de surfaces et envoie un signal de sortie. Le signal de sortie est mesuré et dépend de la surface réfléchissante et de la réflexion du faisceau émis. C'est un signal globalement carré (figure 2.12). La tension mesurée par le système d'acquisition est maximale lorsque le laser détecte les parties métalliques et elle est nulle lorsque le laser détecte les stries noires.

Connaissant la distance entre la première et la dernière strie et le temps enregistré par le laser entre deux stries successives, il est alors possible de déterminer la vitesse initiale au moment de l'impact (Eq. A.2.5).

$$v_i = \frac{d_s}{t_s} \quad (\text{A.2.5})$$

- ✓ v_i (m/s) : Vitesse d'impact
- ✓ d_s (m) : Distance entre deux stries successives
- ✓ t_s (s) : Temps enregistré entre deux stries successives

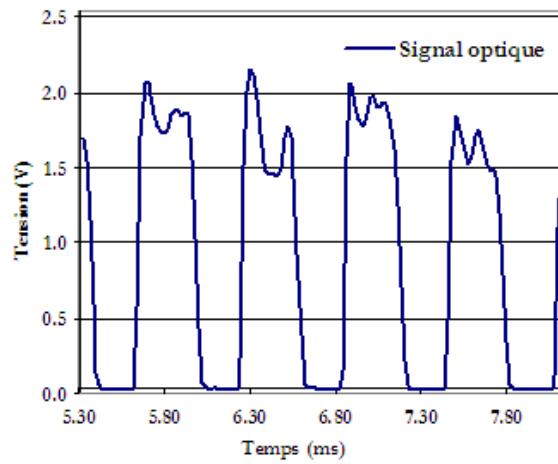


Figure A.2.7 : Signal d'un stratifié carbone NCF et époxy RTM6 impactée à 35 J ; vitesse d'impact 4,10 m/s

- ✓ Le déplacement maximal de l'impacteur (mm)

Le déplacement de l'impacteur à chaque instant $\delta(t)$ s'exprime (Eq. A.2.7) en fonction de la vitesse de l'impacteur à chaque instant de l'essai (Eq. A.2.6). Cette vitesse $v(t)$ est calculée par intégration des équations du principe fondamental de la dynamique avec l'effort mesuré à chaque instant au cours de l'essai d'impact. Le déplacement maximal est la valeur maximale de l'ensemble des intégrations des vitesses $v(t)$ en considérant le déplacement initial nul. La courbe de la figure A.2.8 présente donc $F(t)=f(\delta(t))$ de l'effort réel d'impact en fonction du déplacement au cours de l'essai.

$$v(t) = v_i - \frac{1}{m_{\text{impacteur}}} \int_0^t F_{\text{mesurée}}(\tau) d\tau \quad (\text{A.2.6})$$

$$\delta(t) = \delta(0) + \int_0^t v(\tau) d\tau \quad (\text{A.2.7})$$

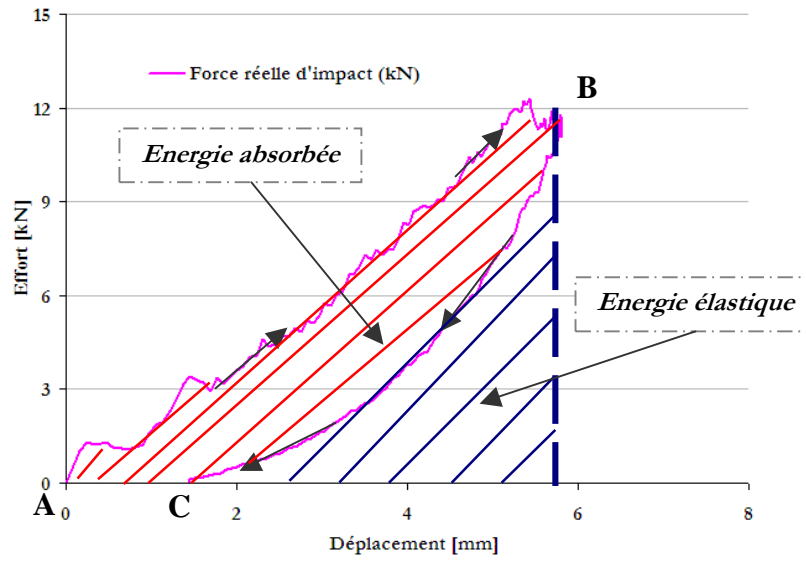


Figure A.2.8 : Exemple de courbe effort/déplacement d'un stratifié infusé impacté

✓ L'énergie absorbée (J)

La courbe de la figure A.2.8 donne une première indication sur le comportement de l'éprouvette lors d'un essai d'impact. L'énergie cinétique d'impact représente l'aire sous la courbe de l'effort en phase ascendante (A-B). L'aire sous la courbe d'effort en phase descendante (B-C) représente l'énergie élastique restituée. Cette énergie peut être aussi calculée par l'équation A.2.8 avec t_{final} l'instant où l'impacteur cesse d'être en contact avec l'éprouvette.

$$E_{\text{élastique}} = \frac{1}{2} m_{\text{impacteur}} V_{\text{impacteur}} (t_{\text{final}})^2 \quad (\text{A.2.8})$$

L'énergie absorbée est donc la différence entre ces deux énergies. En d'autres termes, il s'agit de l'aire de la courbe effort/déplacement. Cette énergie absorbée par l'éprouvette peut être aussi calculée par :

$$E_{\text{absorbée}} = \frac{1}{2} m_{\text{impacteur}} (V_{\text{impacteur}}(0)^2 - V_{\text{impacteur}}(t_{\text{final}})^2) \quad (\text{A.2.9})$$

✓ *L'empreinte (mm)*

L'empreinte représente l'*indentation permanente* d'une structure après qu'elle ait été impactée. L'empreinte est mesurée sur les plaques stratifiées infusées, 24h après les avoir impactées, à l'aide d'un comparateur au $1/100\text{ mm}$. Le schéma de la figure A.2.9 présente une illustration du mode de mesure de l'empreinte. Les mesures sont prises en longueur de la pièce sur une surface de $110 \times 60\text{ mm}^2$ avec une incrémentation de 5 mm par mesure. La valeur retenue d'empreinte d'un échantillon impacté est la valeur la plus élevée trouvée pendant l'expérimentation.

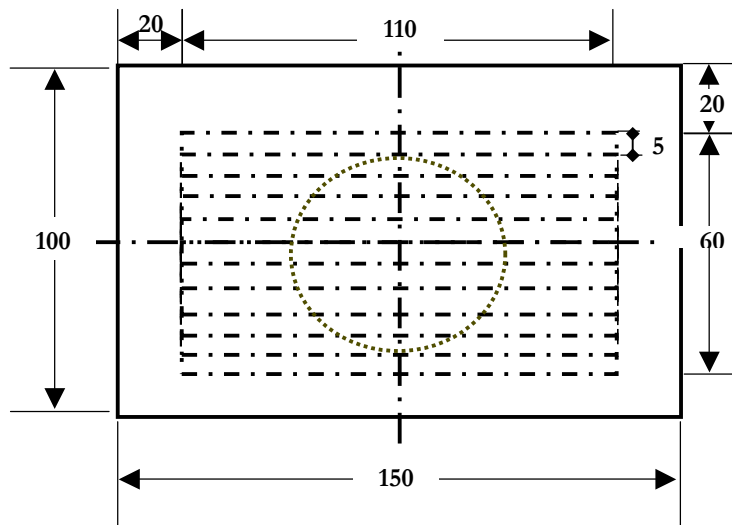


Figure A.2.9 : Schéma d'illustration de mesure d'empreinte sur une plaque

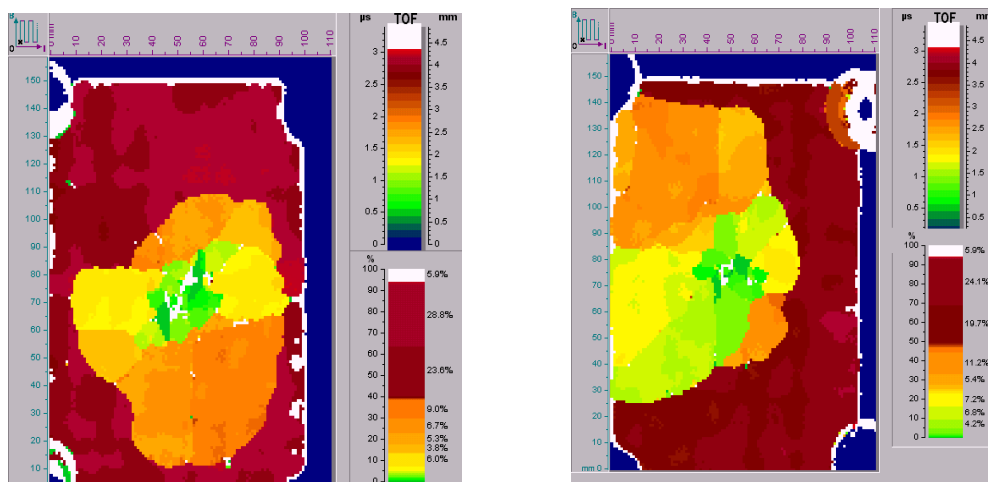
✓ *La surface endommagée (mm²)*

Figure A.2.10 : Deux formes de dommages des stratifiés infusés carbone NCF et époxy RTM6 : Image de contrôle non destructif par ultrasons C-scan

La surface endommagée d'un stratifié est la valeur de l'aire la plus grande du dommage formé dans une plaque. Cette surface est trouvée successivement par contrôle non destructif de la pièce impactée (Voir aussi A.4.2.2) et traitement d'image. La figure A.2.10 montre les images des deux formes de dommages rencontrés dans les stratifiés infusés carbone NCF et époxy RTM 6.

A.2.5 Essais de compression après impact

Les essais de compression après impact (CAI) ont pour but de caractériser le comportement résiduel des composites endommagés par impact. Les éprouvettes sont donc les mêmes que celles utilisées précédemment en essais d'impact mais elles ont été rectifiées au préalable chez un usineur sur les champs inférieurs et supérieurs de sorte à avoir un bon parallélisme a priori.

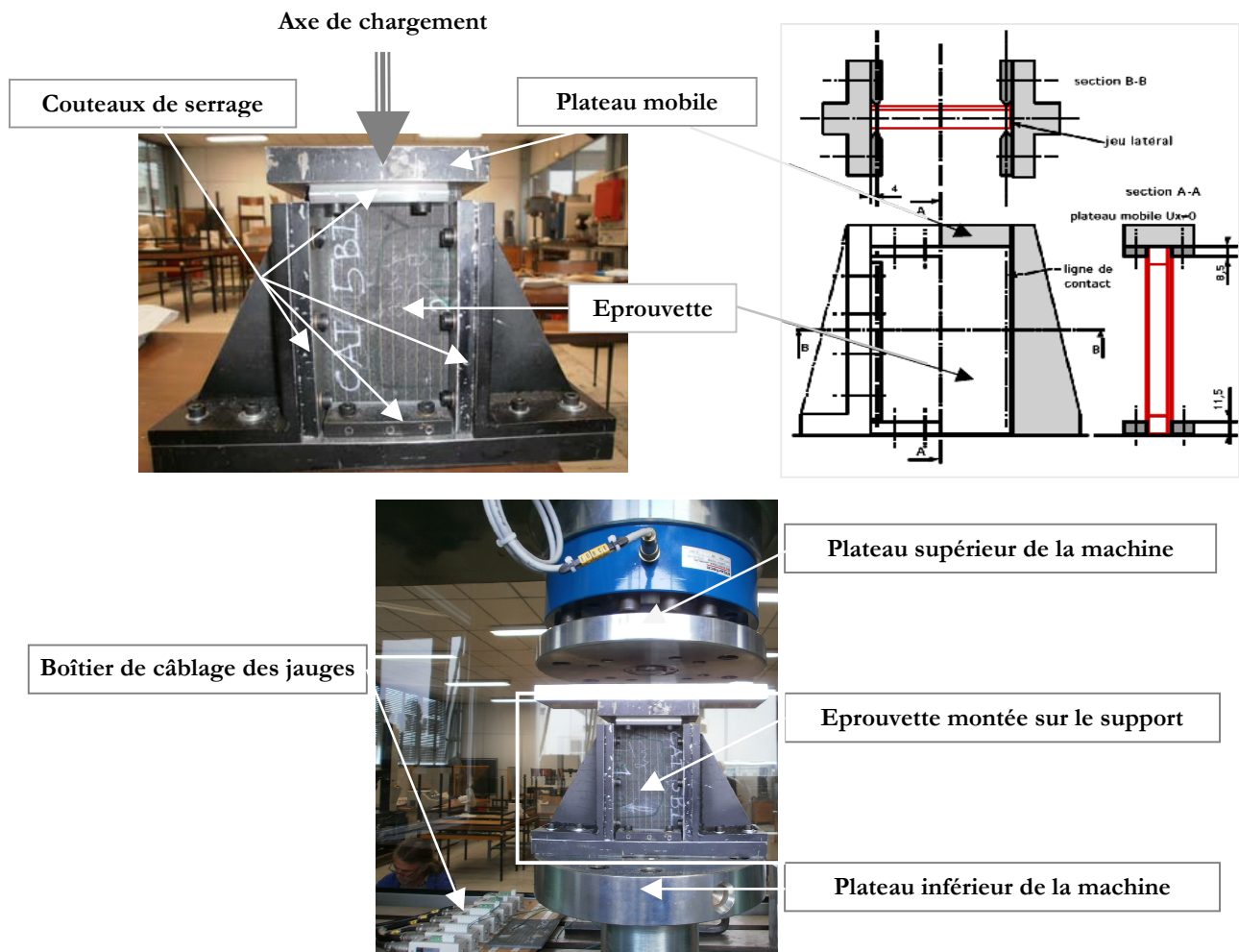


Figure A.2.11 : Montages pour essai de CAI sur machine SCHENCK 45 t

Les éprouvettes sont caractérisées en CAI sur la machine de marque *SCHENCK* de l'*ISAE site de SUPAERO*. Cette machine a une capacité de 45 tonnes et est dotée de deux plateaux de compression qui permettent l'application des efforts (figure A.2.11). Les montages des éprouvettes sur support et sur machine sont élaborés de façon à respecter la norme Airbus *AITM 1-0010*. Des couteaux de serrage sont utilisés sur chaque bord de l'éprouvette pour permettre l'application des conditions d'« éprouvette toute appuyée ». Ils contribuent à éviter l'apparition du flambage global des éprouvettes avant leur rupture par compression. Le montage de l'éprouvette est une étape très délicate et très importante pour assurer la bonne qualité de l'essai.

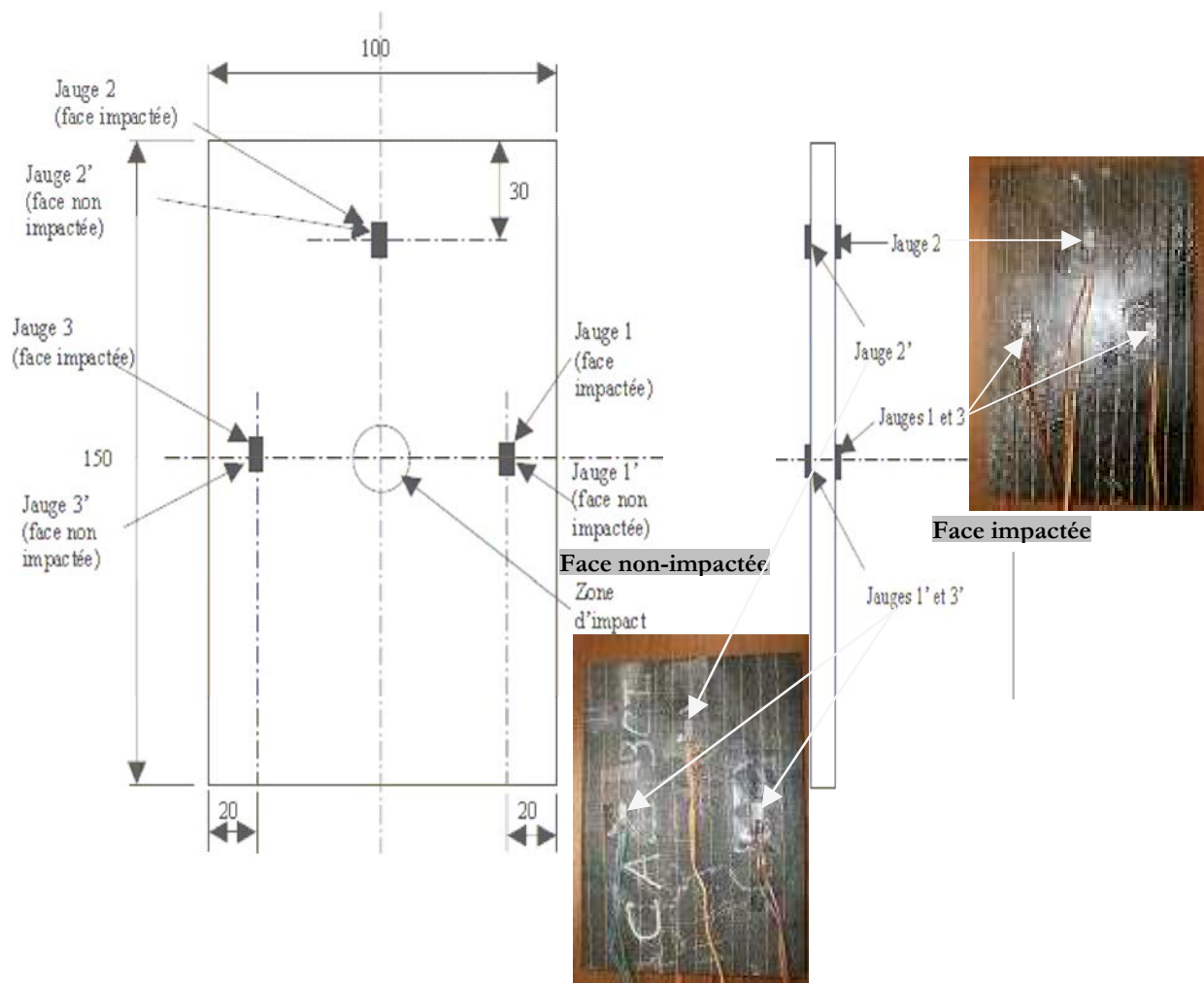


Figure A.2.12 : Instrumentation d'éprouvettes de CAI en jauges

En effet, les éprouvettes sont instrumentées de jauges extensométriques unidirectionnelles afin de mesurer l'évolution des déformations au cours de l'essai (figure A.2.12) et de vérifier l'uniformité de la compression en surface d'éprouvette. Trois jauges sont collées de part et d'autre sur les deux faces de l'éprouvette instrumentée (face impactée (recto) et non- impactée (verso)), soit six jauges au total collées selon le schéma de la figure A.2.12. Les jauges J_2 et J_2' , situées en recto/verso au dessus de

l'éprouvette permettent de vérifier que l'éprouvette ne fléchit pas pendant le chargement. Les jauges J_1 , J_1' , J_3 , et J_3' situées sur l'axe central côté longueur face impactée et non-impactée servent à vérifier que le champ de déformation reste uniforme sur l'ensemble de la plaque. Si cela s'avère être le cas au cours d'un essai, cela nécessite un démontage puis remontage pour correction. Ce qui peut parfois prendre environ 60 min avant de pouvoir refaire l'essai.

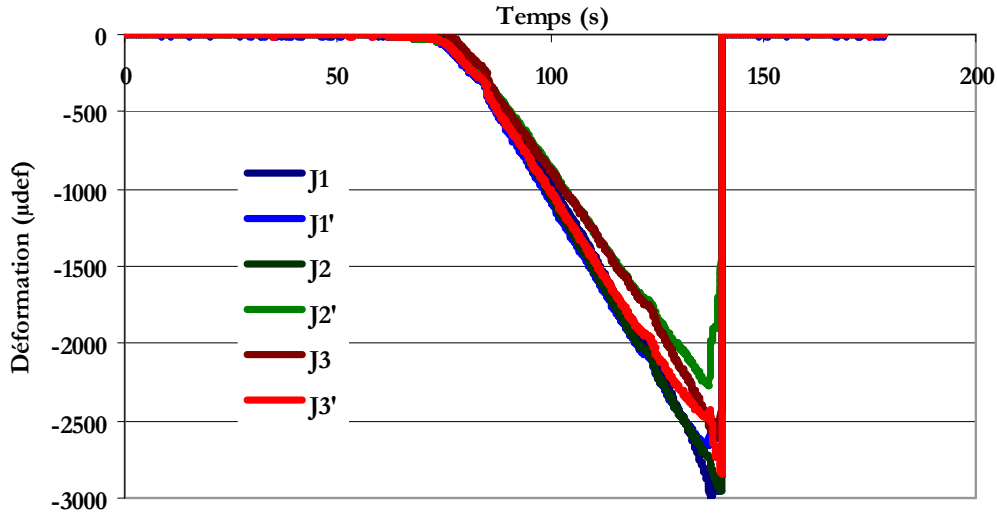


Figure A.2.13 : Courbes de mesure des déformations des six jauges

Après instrumentation, montage et/ou cablage des éprouvettes, la force de compression est mesurée directement au cours du temps par la cellule d'effort de la machine SCHENCK. L'essai est effectué à une vitesse de 0.01 mm/s . La résistance maximale à rupture en CAI (σ_{CAI}) est donc obtenue ensuite par calcul à l'aide de la force maximale à rupture mesurée (Eq. A.2.9).

$$\sigma_{CAI} = \frac{F_{CAI}}{S} = \frac{F_{CAI}}{h \times b} \quad (\text{A.2.10})$$

- ✓ F_{CAI} (kN) : Effort maximal à rupture obtenu après essai
- ✓ h (mm) : Epaisseur mesurée de l'éprouvette
- ✓ b (mm) : Largeur mesurée de l'éprouvette

Après cette description des méthodes et normes utilisées pour les caractérisations mécaniques des stratifiés infusés carbone NCF et époxy RTM 6, regardons à présent les moyens employés pour mesurer les dimensions des éprouvettes, contrôler leur santé matière, et aussi quantifier leur taux de fibres et de porosités.

A. 3 CARACTERISATIONS MORPHOLOGIQUES

Dans le but d'analyser mécaniquement la structure macroscopique du composite, un essai mécanique dynamique supplémentaire par *DMA* pour « *Dynamic Mechanical Analysis* » est fait à l'*ICA-Albi* pour déterminer la température de transition vitreuse (T_g) des stratifiés. Cette annexe décrit aussi les méthodes de mesure et de quantification du taux de fibres et de porosités des stratifiés carbone NCF infusés d'époxy RTM 6. Les normes utilisés pour trouver les propriétés morphologiques de ces composites ainsi que les appareillages nécessaires à cette caractérisation y sont présentés. Ces moyens sont utilisés au laboratoire DMSM de l'*ISAE/ENSICA*.

A.3.1 Essais d'Analyse Mécanique Dynamique

L'essai de DMA pour « *Dynamic Mechanical Analysis* » est un essai qui caractérise à la fois physiquement et mécaniquement la structure macroscopique du composite. Les essais de DMA sont faits dans cette recherche dans le but de déterminer la température de transition vitreuse (T_g) des stratifiés de carbone NCF infusé d'époxy RTM 6. Les températures de transition vitreuse des matériaux composites sont généralement influencées par la qualité de leurs interfaces et leur degré de cuisson. Ainsi, l'essai de DMA est fait pour solliciter l'interface d'un stratifié infusé et mesurer l'état de sa cuisson. Cet essai permet de déterminer la température maximale d'utilisation du matériau.

A l'aide d'une machine *DMA 8000* se trouvant à l'*ICA* à l'*EMAC*, l'essai est réalisé sous la forme d'une configuration en flexion 3 points encastrée-encastrée ou « *dual cantilever bending* » [DMA 8000, 2007], suivi d'un effort en oscillation centrale avec montée en température de 0 à 250°C (figure A.3.1). Les essais sont effectués sur deux éprouvettes stratifiées de dimensions moyennes $50 \times 2 \times 2$ (ou 4) mm à fréquence de 10 Hz.

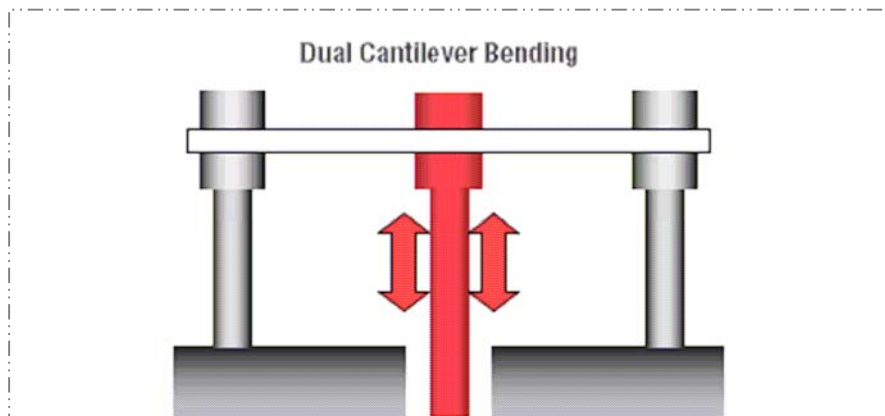


Figure A.3.1 : Montage pour essai d'analyse mécanique dynamique [DMA 8000, 2007]

Pour obtenir la température de transition vitreuse d'un composite thermodurcissable, certains travaux de recherche prennent le point d'intersection des deux tangentes à la courbe du logarithme du module E' (norme ASTM D7028 [ASTM D 7028, 2007]) et d'autre le pic de la courbe de $\tan \delta$ [CEMEF ENSMP, 24 mars 2005] les deux en fonction de la température. Ce qui crée une ambiguïté dans la méthode à utiliser. Dans le cas de cette étude, nous avons jugé judicieux de prendre la T_g d'un stratifié infusé égale au pic de la courbe du module de perte dynamique E'' (*Loss modulus*) en fonction de la température, laquelle donne une valeur intermédiaire des deux méthodes précédentes (figure A.3.2).

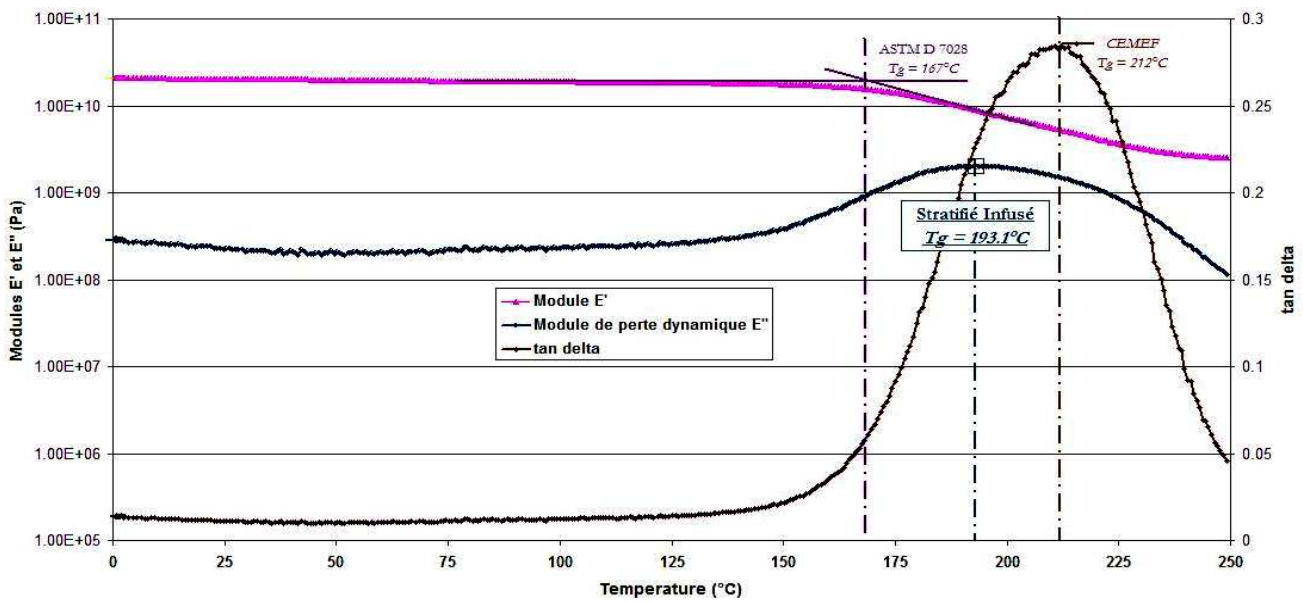


Figure A.3.2: Détermination de la température de transition vitreuse (T_g)

A.3.2 Détermination du taux volumique de fibres

La détermination du taux volumique de fibres (V_f) des stratifiés infusés est faite par la méthode de *dégradation chimique* selon la norme NF EN 2564 sur trois éprouvettes par condition de fabrication de dimensions moyennes $20 \times 10 \times 2$ (mm) ou $20 \times 5 \times 4$ (mm) selon l'épaisseur du stratifié. Cette méthode est une combinaison des normes NF T 51-063 ou ISO 1183 et NF T 57-608 ou ISO CD 11667-3 en deux étapes expérimentales.

La première (ISO 1183) consiste à rechercher expérimentalement la densité (ou masse volumique ρ_d) du matériau composite. La densité est trouvée par la mesure de la poussée d'Archimède exercée sur une éprouvette placée dans de l'eau distillée à l'aide d'une balance de Mohr appelée balance

hydrostatique. Chaque éprouvette est pesée sèche puis dans de l'eau distillée à trois reprises pour avoir la densité du stratifié donnée par la formule de l'équation 2.8.

$$\rho_c = \frac{m_1 \times \rho_0}{m_1 - m_i} \quad (\text{A.3.1})$$

- ✓ $m_1(\text{g})$: masse moyenne mesurée de l'éprouvette sèche,
- ✓ $m_i(\text{g})$: masse moyenne mesurée de l'éprouvette immergée,
- ✓ $\rho_0 (\text{g/cm}^3)$: masse volumique de l'eau donnée en fonction de sa température

La seconde étape comprend la séparation du réseau fibreux du composite de sa matrice. Cette séparation est faite dans cette recherche par le processus de dégradation à l'attaque acide (NF EN 2564) et non par calcination (ASTM D2734) qui n'est pas adaptée pour les fibres de carbone car elles se volatilisent en même temps que la résine sous forme de dioxyde de carbone (CO_2). La dégradation par attaque acide est un processus qui provoque une réaction chimique. Il s'agit de la dégradation du réseau polymère macromoléculaire à l'aide d'acide sulfurique concentré et d'eau oxygénée avec montée en température. La résine est donc dissoute dans l'acide et les fibres sont ensuite décantées et pesées dans des creusets (ISO CD 11667-3) afin d'optimiser les teneurs massiques (Eq. A.3.2), puis les taux volumiques (Eq. A.3.3) du composite en fonction de celles de la fibre et de la résine utilisées.

$$w_f = \frac{m_3 - m_2}{m_1} \text{ et } w_r = 100 - w_f \quad (\text{A.3.2})$$

- ✓ $w_f (\%)$: teneur massique de fibres,
- ✓ $w_r (\%)$: teneur massique de résine,
- ✓ $m_1(\text{g})$: masse moyenne mesurée de l'éprouvette sèche,
- ✓ $m_2(\text{g})$: masse moyenne mesurée du creuset à vide,
- ✓ $m_3(\text{g})$: masse moyenne mesurée du creuset avec les fibres.

$$V_f = w_f \times \frac{\rho_c}{\rho_f} \text{ et } V_r = w_r \times \frac{\rho_c}{\rho_r} \quad (\text{A.3.3})$$

- ✓ $V_f (\%)$: taux volumique de fibres,
- ✓ $V_r (\%)$: taux volumique de résine,
- ✓ $w_f (\%)$: teneur massique de fibres,
- ✓ $w_r (\%)$: teneur massique de résine,
- ✓ $\rho_c (\text{g/cm}^3)$: masse volumique du stratifié,
- ✓ $\rho_f (\text{g/cm}^3)$: masse volumique de la fibre,
- ✓ $\rho_r (\text{g/cm}^3)$: masse volumique de la résine.

Le tableau A.1.2 présente les données caractéristiques des matériaux utilisées pour les calculs nécessaires à la détermination des taux volumiques des matériaux qui constituent un stratifié infusé cousu ou non-cousu.

Tableau : A.1.2 : Données caractéristiques des matériaux et de calculs

Caractéristiques					
Masse volumique du carbone NCF (g/cm ³)	ρ_f	1.8			
Masse volumique de la résine époxy RTM 6 (g/cm ³)	ρ_r	1.14			
Masse volumique du fil kevlar (g/cm ³)	ρ_k	1.35			
Température de l'eau (°C) :	θ	19.5	22	23.5	24
Masse volumique de l'eau (g / cm ³) :	ρ_0	0.9983	0.9977	0.9974	0.9973

A.3.3 Détermination du taux volumique de porosités

La détermination du taux volumique de porosités des stratifiés infusés s'est faite sur les mêmes éprouvettes utilisées précédemment pour la détermination du taux volumique de fibres (trois éprouvettes de dimensions moyennes $20 \times 10 \times 2 \text{ mm}$ et $20 \times 5 \times 4 \text{ mm}$ pour deux et quatre couches de N.C.F) selon la norme *NF EN 2564*. Le taux volumique de porosités V_p du matériau est donc la différence entre 100% de volume initial de matière et la somme des fractions volumiques en fibres V_f et en résine V_r (Eq. 2.11).

$$V_p = 100 - (V_f + V_r) \quad (\text{A.3.4})$$

Cette technique de mesure et de quantification du taux de fibres et de porosités des stratifiés est destructive. Elle nécessite non seulement le prélèvement au même endroit d'échantillons représentatifs sur chaque plaque stratifié fabriquée, d'où un même plan de découpe pour l'ensemble des plaques, mais aussi une grande précision dans les mesures (masse et dimensions volumiques), pour assurer la précision des résultats. Elle ne donne par contre aucune information sur la répartition, ni sur la morphologie de la porosité. Pour ce faire, d'autres méthodes seront employées et sont décrites dans l'annexe suivante.

A. 4 METHODES ET MOYENS DE CONTROLE

Cette partie traite des moyens utilisés pour mesurer par métrologie dimensionnelle les éprouvettes à caractériser mécaniquement et morphologiquement ainsi que des méthodes de contrôle pour l'analyse de la santé matière des stratifiés avant ou après sollicitation.

A.4.1 Métrologie dimensionnelle

Elle permet de mesurer les dimensions des éprouvettes avant chaque essai pour le respect des normes de caractérisation qui ont été présentées au tableau 2.1. Ainsi, la longueur totale de toutes les éprouvettes ainsi que la largeur des éprouvettes d'impact et de CAI sont mesurées à l'aide d'un *pied à coulisse numérique* de marque *Mitutoyo* de 0-150 mm avec une précision au 1/100 de millimètre. La largeur totale des éprouvettes de traction, compression, cisaillement interlaminaire, DMA, taux de fibres et de porosités et toutes les épaisseurs d'éprouvette sont mesurées avec un *micromètre* de marque *Mitutoyo* de 0-25 mm avec une précision au 1/1000 de millimètre.

En ce qui concerne donc la dernière propriété morphologique à analyser des stratifiés qui est l'épaisseur, les mesures sont faites dans le sens de la longueur et de la largeur de chaque plaque stratifiée fabriquée afin d'analyser la variation d'épaisseur sur toute la surface. Ainsi, neuf éprouvettes par plaque d'expérience de fabrication sont calibrées en épaisseur à savoir :

- ✓ Les trois éprouvettes de traction,
- ✓ Les trois éprouvettes de compression
- ✓ Les trois éprouvettes de taux de fibres et de porosités.

A.4.2 Méthodes et moyens de contrôle non destructifs

Les méthodes utilisées dans ce travail pour contrôler la santé matière des stratifiés avant ou après sollicitation sont des moyens non destructifs par microscopie ou par les ultrasons.

A.4.2.1 Moyens de contrôle par microscopie

Plusieurs types de microscopie (binoculaire, optique, MEB, MEBE, etc....) sont employées dans cette étude pour l'analyse microstructurale des stratifiés infusés. Les microscopes électroniques PHILIPS/FEI XL30 dont un à balayage (MEB) et un environnemental (MEBE) à canon à émission de champ et à pression contrôlée sont utilisés principalement dans le but de comparer les microstructures surfaciques. L'observation des échantillons en coupe dans la direction de l'épaisseur permet de déceler la répartition et la morphologie des porosités. Cette analyse microstructurale permet de faire une corrélation (analyse phénoménologique) avec les résultats de caractérisation et d'analyse statistique trouvés.

Les observations sont faites à l'ICA-Albi sur un échantillon représentatif d'une condition de fabrication par plaque. Le contrôle par microscopie met en exergue l'observation de :

- ✓ La structure générale de la pièce : alignement des fibres, empilement ;
- ✓ La contenance et la localisation des poches de résine ;
- ✓ La taille des porosités : petites ($\varnothing < 50 \mu m$) ou grosses ($\varnothing > 50 \mu m$) ;
- ✓ La forme des porosités : cylindrique ou irrégulière ;
- ✓ La localisation des porosités : dans la matrice, dans les mèches ou de transition (entre la matrice et la mèche).

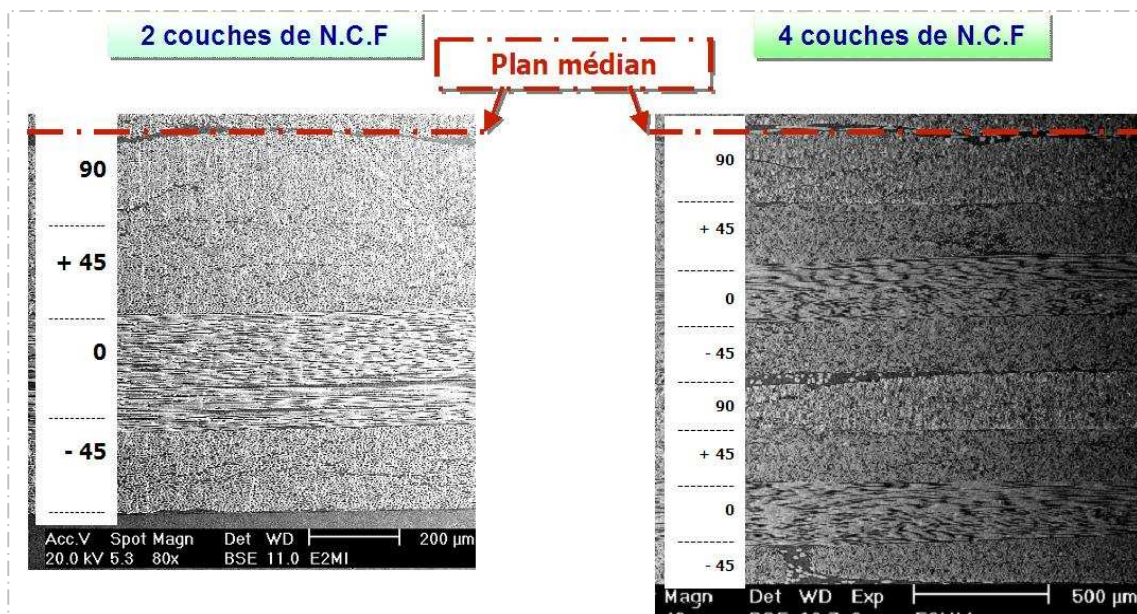


Figure A.4.1: Photo MEB de la structure générale d'une demie coupe d'épaisseur d'un stratifié infusé

A.4.2.2 Moyens de contrôle par ultrasons : C-Scan

Ce moyen de contrôle est utilisé dans cette recherche pour délimiter les interfaces délaminées créées sur les éprouvettes impactées (voir partie II.2.5). C'est une méthode de contrôle par scan qui peut aussi être utilisée pour vérifier qu'une plaque fabriquée est saine c'est à dire sans défaut pouvant nuire aux propriétés du matériau. Elle est non destructive. Elle consiste à engendrer une impulsion ultrasonore à l'aide d'un palpeur dans un matériau plongé dans de l'eau, ensuite à le scanner par incrément pour obtenir des cartographies ultrasonores des défauts contenues dans la pièce grâce au positionnement du palpeur sur une table X-Y (figure A.4.2.). Du fait que la cartographie est réalisée suivant un plan parallèle à la surface de balayage du palpeur, alors il s'agit d'un C-scan.

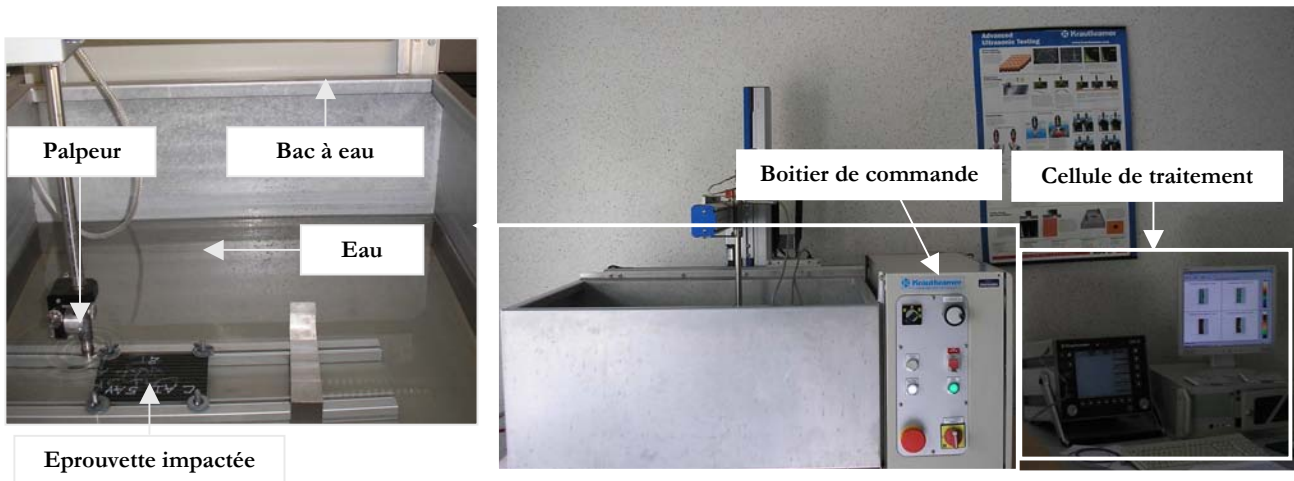


Figure A.4.2 : Disposition de contrôle par ultrason : C-scan

Les contrôles par ultrasons sont réalisés au laboratoire DMSM de l'ISAE/ENSICA sur les éprouvettes stratifiées impactées vues précédemment. Les éprouvettes impactées sont contrôlées en piscine à l'aide d'un capteur piézoélectrique de 3 MHz fixé sur un chariot à deux degrés de liberté pouvant balayer leur surface entière ($150 \times 100\text{ mm}^2$). Le capteur se déplace dans la longueur de l'éprouvette à une vitesse de 2850 mm/s en faisant des incréments de pas de 1 mm en largeur.

A. 5 REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES POUR LES ANNEXES

ASTM D 7028, "Standard Test Method for Glass Transition Temperature (DMA T_g) of Polymer Matrix Composites by Dynamic Mechanical Analysis (Dma)1." ASTM International, Edition AFNOR 01, 2007.

CEMEF ENSMP, (24 mars 2005) "Les Résines D'enrobage Et De Surmoulage En Électronique Et Microélectronique." Sophia Antipolis,

DMA 8000, (2007). Dynamic Mechanical Analyzer, Innovation. Materials Science,. Perkinelmer Precisely: 12 pages.

HEXFLOW, [Http://Www.Hexcel.Com/Nr/Rdonlyres/B9dqf85c-Dfa5-4158-8ce5-22a8f7146a94/0/Hexcelrtm6.Pdf](http://Www.Hexcel.Com/Nr/Rdonlyres/B9dqf85c-Dfa5-4158-8ce5-22a8f7146a94/0/Hexcelrtm6.Pdf). ONLINE.

Krawczak, *Essais Des Plastiques Renforcés. Plastiques et Composites*, Techniques de l'Ingénieur, Doc. AM 5 405, 36 pages.

Petit, (2005). "Contribution a L'étude De L'influence D'une Protection Thermique Sur La Tolerance Aux Dommages Des Structures Composites De Lanceurs." Université de Toulouse, Matériaux - Structures - Mécanique, Ecole Nationale Supérieure de l'Aéronautique et de l'Espace, Thèse de Doctorat, Soutenue le 21 décembre 2005: 250 pages.

SAERTEX, *"Description of Style Quadriaxial-Carbon-Fabric Pb/Pe."* SAERTEX GmbH&Co, Datashett, (KG), 2005, 2 pages.

Tenax, "Toho Tenax Continuous Carbon Fiber Nomenclature." Toho Tenax America, Inc, 2008.

CONTRIBUTION OF THE STUDY OF VARIABILITY OF INFUSED LAMINATES PROPERTIES MADE BY LIQUID RESIN INFUSION

The aeronautical sector is now very interested by the development of out-of-autoclave processes and low cost structures. The question is to find the possible links between the parameters of these new processes and mechanical properties of composite parts obtained. In this study, experimental plan method by Taguchi tables is used to establish the possible relationships between the process parameters of liquid resin infusion and the ultimate tensile strengths, ultimate compressive strengths and interlaminar shear strengths, and also the properties in impact and compression after impact of infused laminates. Laminates are infused using the quadriaxial Non-Crimp-Fabrics (NCF) stitched and unstitched with epoxy resin RTM 6. The possible links with the process parameters and morphological properties of these laminates such as fiber volume fraction, void contents, glass transition temperature and thickness of the structure have also been investigated. Eight process parameters (number of NCF layers, stitching, number of High Porous Media (HPM) layers, plate side during the infusion, vacuum level, injection temperature, mould temperature, curing temperature) and an interaction between the number of NCF layers and HPM layers have been identified by literature review. Statistical analysis using multilinear regression method was performed on the properties of infused laminates stitched and unstitched to find influence of parameters on each property. Stitching has a good effect on ultimate compressive strength and compression after impact strength. It contributes also to increase interlaminar shear strength and to reduce damage propagation inside material. Microscopic observations were done to complete and improve the comprehension of statistical analysis results. They allowed detecting presences, sizes, localisations, and number of residual voids inside laminates. Different damages modes caused by impact were also observed. Voids content obtained in infused laminates made is generally lower (less than 1%) with higher fiber volume fraction (greater than 60%). These results allow using this process for aircraft parts. The presence of macro voids goes to the reduction of ultimate strengths of infused laminates. These defects cause increase of residual indentation. The link established by experimental plan method seems to ensure the explication about the creation of the blocking debris of this indentation.

Keywords : Liquid Resin Infusion, experimental plan, Non-Crimp-Fabric, mechanical properties, Impact, Compression after impact, voids content.

Doctorat de l'Université de Toulouse en Génie Mécanique, Mécanique et Matériaux

Alvine NJIONHOU KEPNANG

Directeur de thèse : Bruno CASTANIE

Lieu et date de soutenance : Ecole des Mines d'Albi, le 08 Avril 2011

**CONTRIBUTION À L'ÉTUDE DES VARIABILITÉS DES PROPRIÉTÉS DES STRATIFIÉS
FABRIQUÉS PAR INFUSION DE RÉSINE LIQUIDE**

L'intérêt croissant du développement des procédés hors-autoclave et à bas coût dans l'industrie aéronautique conduit à s'interroger sur les liens possibles entre les paramètres de ces nouveaux procédés et les propriétés mécaniques des pièces composites obtenues. Dans cette étude, la méthode des plans d'expériences par les tables de Taguchi est utilisée pour établir les relations éventuelles entre les paramètres procédés de fabrication par infusion de résine liquide et les résistances à rupture en traction, compression, cisaillement inter laminaire ainsi que le comportement à l'impact et en compression après impact des stratifiés infusés. Les stratifiés sont fabriqués à l'aide de quadri-axiaux NCF cousus ou non-cousus infusés de résine époxy de type RTM 6. Les propriétés morphologiques de ces stratifiés tels que les taux volumiques de fibres et de porosités, la température de transition vitreuse et l'épaisseur de la structure ont aussi fait l'objet d'une recherche des liens possibles avec ces paramètres. Huit paramètres procédés (nombre de couches de NCF, couture, nombre de tissu drainant, côté de la plaque pendant l'infusion, niveau de vide, température d'injection, température du moule, température de cuisson) et une interaction entre le nombre de couches de NCF et de tissu drainant ont été identifiés à la suite d'une étude bibliographique. Une analyse statistique par une méthode de régression multilinéaire a été faite sur les propriétés des stratifiés infusés non-cousus, puis cousus pour trouver les influences des différents paramètres sur chaque propriété. La couture a un effet bénéfique sur la résistance en compression pure et en compression après impact. Elle contribue aussi à l'augmentation de la résistance au cisaillement interlaminaire et à la réduction de la propagation des dommages à l'intérieur du matériau. Cette analyse a été complétée par des observations microscopiques pour détecter les présences, tailles, positions, et quantités de porosités résiduelles et les modes d'endommagement dus à l'impact. Les taux de porosités obtenus globalement faibles (inférieur à 1%) avec des taux de fibres élevés (supérieur à 60%) dans ces stratifiés infusés permettraient a priori l'utilisation de ce procédé pour des pièces aéronautiques. Il a été noté que la présence de macros porosités contribue à la réduction des résistances à rupture des stratifiés infusés. Ces défauts sont a priori aussi à l'origine d'une augmentation de l'indentation résiduelle. Ce lien établi par la méthode des plans d'expérience semble confirmer un scénario de blocage de débris pour expliquer la création de cette indentation.

Mots clés: Infusion de résine liquide, plan d'expériences, tissus NCF, propriétés mécaniques, impact, compression après impact, porosités.

Institut Clément Ader (ICA)

Laboratoire Matériaux

Ecole des Mines d'Albi-Carmaux (EMAC)

Campus Jarlard - 81013 Albi CT Cédex 09

Département Mécanique des Structures et Matériaux (DMSM)

Institut Supérieur de l'Aéronautique et de l'Espace (ISAE)

10 av. Edouard Belin - BP 54032 - 31055 Toulouse Cedex 4